TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií



AUTOREFERÁT DISERTAČNÍ PRÁCE

Liberec 2011

Darina Jašíková

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta mechatroniky, informatiky a mezioborových studií

Experimentální studium elektrostatického rozprašování a zvlákňování

Feasibility study of electrostatic spraying and spinning

Studijní program:	P2612 Elektrotechnika a informatika
Studijní obor:	Přírodovědné inženýrství
Autor:	Ing. Darina Jašíková

Vedoucí práce: Prof. Ing. Václav Kopecký, CSc.

Abstrakt

Tato disertační práce je zaměřena na experimentální studium a vizualizace elektrostatických procesů, tj. elektrostatického rozprašování a zvlákňování. Za tímto účelem jsou v práci navrženy a realizovány postupy, techniky i vlastní experimentální zařízení pro studium těchto elektrostatických procesů. Úkolem prováděných experimentů je ověření navržených metod a získání výsledků, které mohou napomoci k objasnění fyzikálních principů elektrostatického rozprašování a zvlákňování.

Důležitou součástí disertační práce je i studium vlivu sekundárního proudění na elektrostatické procesy, které může najít uplatnění při realizaci technologií a průmyslových zařízení.

Klíčová slova: elektrostatický proces, elektrostatické rozprašování, elektrostatická atomizace, interferometric particle sizing, optické metody měření, particle image velocimetry, sekundární proudění

ANNOTATION

The aim of this dissertation thesis is an experimental study and visualization of electrostatic processes, i.e. electrostatic spraying and spinning. There are purposed and realized procedures, techniques and experimental setup for the study of electrostatic processes. In the research project were focused experiments that should verify the suggested methods and obtain results that could help clarify the physical principles of electrostatic spraying and spinning.

The important part of the dissertation thesis is the study of secondary flow influence on the electrostatic processes. This study could find place in a technological realization of industrial facilities.

Keywords: electrostatic processes, electrostatic spray, electrostatic spinning, interferometric particle sizing optical measurement methods, particle image velocimetry, secondary flow

OBSAH

1.	Úvod	5
2.	Základy elektrostatických procesů	6
3.	Přehled současných měřicích metod pro studium elektrostatických procesů	8
4.	Přehled měřicích metod využitých při experimentech	9
5.	Návrh experimentální sestavy pro studium stabilního elektrostatického procesu	. 10
	Simulace elektrostatického pole v okolí elektrod v navrženém měřicím prostoru	11
	Rozbor sil působících na částici v elektrickém poli	11
	Nastavení vhodného dávkování pracovní kapaliny	17
6.	Experimentální studium a vizualizace elektrostatického rozprašování a zvlákňov	rání 21
	Štěpení výtrysku a vznik částic	21
	Sledování pohybu částic v elektrostatickém poli	22
	Vizualizace elektrostatického zvlákňování	23
7.	Sekundární proudění při elektrostatických procesech	. 25
	Vliv korónového výboje na pohyb částic vzduchu	26
	Kvantitativní vizualizace sekundárního proudění metodou PIV	26
	Odhad rychlosti sekundárního proudění	29
8.	Vzájemný vliv sekundárního proudění a elektrostatických procesů	. 30
	Vliv intenzity elektrického pole na chování polárních a nepolárních kapalin	31
	Odhad a porovnání sil působících na částice polárních a nepolárních látek při elektrostatických procesech	33
	Vlivu sekundárního proudění na částice polární kapaliny	35
	Vlivu sekundárního proudění na částice nepolární kapaliny	37
9.	Závěr	39
Po	pužitá literatura	. 41
Př	ehled publikací	42

1. Úvod

Spolu se vzestupem poptávky po nanovlákenných materiálech a jejich produkci vyvstala otázka optimalizace strojů, na kterých byla vlákna vyráběna. Významný pokrok v průmyslové výrobě nanovláken učinili vědci na Technické univerzitě v Liberci. Ačkoliv používání nanostruktur je v současné době již běžné, stále jejich produkce elektrostatickým zvlákňováním není úplně objasněna.

Cílem disertační práce je experimentální studium a vizualizace elektrostatických procesů, tj. elektrostatického rozprašování a zvlákňování. Za tímto účelem jsou v práci navrženy a realizovány postupy, techniky i vlastní experimentální zařízení pro studium těchto elektrostatických procesů. Úkolem prováděných experimentů je ověření navržených metod a získání výsledků, které mohou napomoci k objasnění fyzikálních principů elektrostatického rozprašování a zvlákňování.

Důležitou součástí disertační práce je i studium vlivu sekundárního proudění na elektrostatické procesy, které může najít uplatnění při realizaci technologií a průmyslových zařízení.

Pro vypracování práce byly stanoveny následující dílčí cíle a úkoly:

- vypracování zevrubné rešerše současných směrů řešení této problematiky, zejména pak možnosti vizualizace a měření elektrostatických procesů, a dále vlivu fyzikálních a chemických vlastností pracovní kapaliny na stabilitu procesu,
- navržení a sestrojení laboratorního zařízení pro realizaci a studium stabilních procesů, umožňující bezpečný optický přístup ke všem fázím procesu s variabilním nastavením elektrod a dávkování pracovní kapaliny,
- vytvoření modelu simulující průběh intenzity pole v závislosti na uspořádání a geometrii elektrod navrženého laboratorního zařízení,
- analýza měřicích technik a výběr vhodných měřicích metod

- navržení a realizace experimentů a vizualizace elektrostatických procesů s důrazem na studium pohybu měřených mikroobjektů, tj. kapek a vláknových struktur, v elektrostatickém poli
- analýza vlivu vlastností pracovní kapaliny a parametrů elektrostatického procesu na průběh a výsledek experimentálně zkoumaných a vizualizovaných elektrostatických procesů
- studium vzniku sekundárního proudění při elektrostatických procesech a posouzení vzájemného vlivu sekundárního proudění a elektrostatických procesů
- analýza silového působení elektrostatického pole a sekundárního proudění v souvislosti s výběrem pracovní kapaliny
- navržení způsobů eliminace vznikajícího sekundárního proudění.

2. ZÁKLADY ELEKTROSTATICKÝCH PROCESŮ

Pojem elektrostatický proces vyjadřuje působení vnějšího elektrostatického pole na volný povrch kapaliny. Z definice elektrostatického pole vyplývá, že se jedná o druh elektrického pole, které vzniká v okolí nepohybujícího se elektrického náboje. Dnes již víme, že při těchto procesech dochází ke vzniku elektrických proudů, tj. pohybů elektrických nábojů a to již samotným pohybem kapaliny, proto se jedná o proces elektrodynamický. V historii byl však model vzniku těchto procesů a sil, které jej vyvolávají, značně zjednodušen a jeho popis byl vyjádřen časově konstantními, stacionárními elektrickými silami. V širším slova smyslu se do elektrostatických procesů řadí i dynamické, nestacionární jevy elektrizace těles vyvolané právě elektrostatickou silou. Přestože byla již několikrát dokázána nepřesnost tohoto označení, je tento pojem ustálený a zavedený. V oboru atomizace kapalin je již běžně označován stejný princip přesnějším a správnějším označením jako *elektrohydrodynamický jev*, nicméně v oblasti tvorby vláken vnějším elektrickým polem stále převládá označení

Nejjednodušší laboratorní zařízení, na kterém lze provádět experimenty, se nazývá *jehlový laboratorní zvlákňovač.* Základní uspořádání jehlového laboratorního zvlákňovače ukazuje obr. 1. Toto zařízení se skládá z kovové kapiláry, kterou je dávkován roztok, tj. *pracovní kapalina* ze zásobníku. Na kovovou kapiláru, nebo přímo do pracovní kapaliny je přivedeno vysoké napětí v řádech desítek kilovoltů. Proti kapiláře je ve vzdálenosti několika jednotek až desítek centimetrů umístěna opačně nabitá, uzemněná elektroda - *sběrač* neboli *kolektor*.



Obr. 1 Schematický diagram laboratorního zařízení pro přípravu vlákenných materiálů a elektrostatickou atomizaci kapalin (EAL). 1. zdroj vysokého napětí, 2. zásobovač kapaliny, 3. kapilární tryska, 4. sběrná elektroda, 5. ochranný kryt aparatury [1]

Elektrostatický proces můžeme obecně rozdělit na tři základní etapy (obr. 1). V první etapě se kapka vlivem působení vnějších elektrických sil protáhne do charakteristického kuželovitého útvaru, vzniká tzv. *Taylorův kužel*, který při kritické hodnotě napětí bude emitovat do proudu kapaliny, tj. *výtrysk* (v literatuře označován *jet*). Pokud je výtrysk kapaliny stabilní, pak oblast, kterou zaujímá, nazýváme druhou etapou, tj. *stabilní oblastí.* V závislosti na vlastnostech kapaliny se výtrysk rozpadá buď do kapek, nebo tenkých vláken. V druhé oblasti je výtrysk nejvíce urychlován elektrickým polem a jeho

rozpad způsobují různé vnější a vnitřní nestability. Třetí fází je označována oblast, kterou se kapky a vlákna pohybují. Tato fáze končí záchytem částic na kolektoru.

Parametry, které ovlivňují průběh elektrostatického procesu, se dělí do tří základních skupin:

- vlastnosti roztoku jako viskozita, vodivost, povrchové napětí, teplota a hustota,
- nastavitelné vlastnosti aparatury, tj. elektrický potenciál, vzdálenost elektrod, tvar kolektoru, velikost průměru kapiláry, dávkování roztoku,
- okolní podmínky jako teplota, vlhkost, tlak, chemické vlastnosti okolního plynu (možnost použití inertních plynů).

3. Přehled současných měřicích metod pro studium

ELEKTROSTATICKÝCH PROCESŮ

Řada měření zkoumá děje uvnitř elektrostatického pole s určitou mírou idealizace. Jak již vyplývá z definice *elektrostatického procesu*, nejedná se o časově neměnný děj, ale dynamický. Také síly, které se při těchto dějích uplatňují, nejsou stacionární. V současné době převládá výzkum tohoto jevu pomocí optických metod. Řada pracovišť zabývajících se výzkumem zvlákňování ovšem nemá možnosti využití těchto metod. Technická univerzita v Liberci je v tomto směru výjimečná, protože má vybudována oddělení zaměřená na aplikaci elektrostatického zvlákňování a zároveň disponuje i moderní laboratoří měření pomocí optických metod. Obecně lze říci, že výzkum elektrostatických procesů se v dnešní době ubírá třemi hlavními směry.

Hlavními směry výzkumu elektrostatických procesů je:

- výzkum morfologie vznikajících produktů, testování zvláknitelnosti kapalin [2, 3],
- popis a charakteristika procesu, vliv okolních i vnitřních podmínek [4 6],
- možnosti aplikace a uplatnění vzniklých materiálů.

Metody pro bezkontaktní vyhodnocování elektrostatických procesů:

- Metoda rychlé fotografie a stereografie
- Stínová metoda
- Metoda interferenčních barev
- Difrakční metody
- Laserová dopplerovská anemometrie

4. PŘEHLED MĚŘICÍCH METOD VYUŽITÝCH PŘI EXPERIMENTECH

Úkolem této práce bylo najít vhodnou metodu, která by splnila všechny požadavky na vizualizaci procesu a zároveň přinesla nové informace o jeho chování.

Elektrostatický proces je ve své podstatě dvoufázové proudění, kdy dochází k rozptýlení kapalných částic do plynu a jejich odlišnému chování. Vzhledem ke složitosti sledovaných dějů se nabízí aplikace moderních anemometrických měřicích metod. Optické metody umožňují neinvazivní výzkum, který vyšetřovaný prostor nijak nedeformuje a současně umožňuje kvalitativní a kvantitativní posouzení všech fází elektrostatických procesů.

Použitá metoda by měla splňovat následující požadavky:

- Sledování pohybu částic pro účely vyhodnocení geometrie elektrostatického procesu.
- Vyhodnocení rychlosti pohybu částic v závislosti na změně vstupních podmínek, tj. napětí, vzdálenost a tvar elektrod, vlastnosti roztoku.
- Nezávislost výsledků měření na okolním prostředí teplota, tlak, vlhkost, indexu lomu pracovní kapaliny nebo vlnové délce použitého světla a samotného elektrického pole.
- Použitá metoda by měla být bezkontaktní, umožňovat bezpečný přístup z větší vzdálenosti i při detailním vyhodnocování malých oblastí.
- Umožnit studium nestacionárního proudění a vírových struktur.
- Možnost vyhodnocení prostorového uspořádání.
- Umožňovat měření velmi malých i velkých rychlostí pohybu částic.

Mezi vybrané optické metody, které splňují výše uvedené požadavky, patří:

- Metody Particle Image Velocimetry, Interferometry Particle Sizing technique, Planar Laser Induced Fluorescence
- Další metody: stínová metoda, šlírová metoda, interferometrické vizualizace

5. NÁVRH EXPERIMENTÁLNÍ SESTAVY PRO STUDIUM STABILNÍHO

ELEKTROSTATICKÉHO PROCESU

Aby bylo možné provést měření popisující chování částic pracovní kapaliny v prostoru mezi elektrodami, bylo nutné nejprve sestavit laboratorní zařízení vycházející z principů průmyslových zařízení, které umožňuje optický přístup a odstínění od nežádoucích vlivů okolí, zejména pak okolního proudění.

Další podmínkou experimentálního studia bylo vytvoření stabilního výtrysku, který je výchozím režimem pro další optimalizaci procesu. Kvůli vytvoření stabilního procesu byla provedena analýza silového působení na částice v elektrostatickém poli. Tato analýza přispěla k výběru vhodné měřicí metody stanovením limitujících faktorů procesu, zejména pak odhadu rychlosti pohybujících se částic.

Dalším zařízením, které bylo v této části přípravy experimentů zkonstruováno, byl *sběrač vláken* (obr. 2). Dříve než mohla být uskutečněna optická měření, bylo nutné seznámit se se vznikajícími produkty používaných pracovních kapalin, a to v různých vzdálenostech mezi elektrodami. Vznikající částice byly zachyceny na podložní sklíčko a analyzovány optickým a elektronovým mikroskopem.



Obr. 2 Jednoduché zařízení pro záchyt vláken a kapek v určité mezielektrodové vzdálenosti s vyznačeným směrem pohybu. Příklad zachycených kapek a vláken.

Simulace elektrostatického pole v okolí elektrod v navrženém měřicím prostoru

Pro vytvoření modelu uspořádání elektrod uvnitř skleněného boxu a samotná simulace byla vytvořena v programu *QuickFieldTM*, Student Edition, společnosti Tera-analysis, který pracuje na bázi programu Solidworks.

Rozbor sil působících na částici v elektrickém poli

Pohyb částic v elektrickém poli je ovlivněn základními silami:

odporová sila prostředí reprezentována Stokesovou silou

$$F_d = 6\pi \eta r_d v_{, \text{kde}}$$
 5.1

 η je dynamická viskozita prostředí, pro vzduch 1,71.10⁻⁵ [Pa.s], v rychlosti obtékání a r_d poloměr obtékané kapky.

• Síla nadnášení vzduchu, dána Archimedovým zákonem

$$F_a = \frac{4\pi}{3} r_d^3 \rho_a g$$

• gravitační silou

$$F_g = \frac{4\pi}{3} r_d^3 \rho g$$
, kde 5.3

 ρ je hustota pracovní kapaliny a g gravitační zrychlení.

• elektrickou silou

$$F_e = E.q , F_e = \frac{1}{4\pi\varepsilon_0} \frac{q}{r_d} , \text{kde}$$
5.4

E je lokální intenzita elektrického pole, ε_0 permitivita vakua a *q* náboj na kapce.

• Coloumbickou odpudivou silou působící mezi stejně nabitými částicemi.

$$F_c = \frac{1}{4\pi\varepsilon_0} \frac{q_1 q_2}{l^2}, \text{ kde}$$

 q_1 a q_2 jsou náboje na kapkách, l vzdálenost mezi kapkami.

Částice nesoucí náboj q v elektrickém poli o intenzitě E jsou ovlivněny urychlovány elektrostatickou silou (5.3). Výpočet velikosti elektrostatické síly vychází ze znalosti velikosti náboje na dané částici. V tomto bodě je nutné uvést, že následující vztahy jsou platné pouze pro kulovité částice. Směr vektoru intenzity elektrického pole rozhoduje o výsledném směru pohybu kapky.

5.2



Obr. 3 Rozbor sil působících na kapku v prostoru mezi elektrodami

Náboj rovnoměrně rozložený na částici lze odvodit ze základního vztahu (5.4) pro vyjádření lokální intenzity pole v okolí bodového náboje.



Obr. 4 Skalární mapa rozložení intenzity elektrického pole E [V/m] s vyznačeným vektorem intenzity pole.

 $F_E = E.q$, dosazaním do vztahu pro vztah intenzity a bodového náboje pro vodivé kapaliny $E.4\pi r^2 = \frac{Q}{\varepsilon_0}$, pak náboj $Q = E\varepsilon_0 4\pi r^2$

Dosavadní modely popisující chování částic v elektrickém poli vycházely z jednotné vnitřní struktury kapaliny. Takové modely jsou použitelné pouze pro testovaný druh kapalin a roztoků. Pro porozumění chování různých kapalin v elektrickém poli je nutné pochopit atomovou strukturu molekul. Touto kapitolou se zabývá obor fyzikální chemie, tj. elektrochemie. [7]

V současnosti jsou chemické látky rozděleny do dvou hlavních skupin, a to na *polární sloučeniny* (jejich struktura se skládá z kladných a záporných iontů spojených Coulombickými přitažlivými silami) a *nepolární sloučeniny*. Obě tyto skupiny

sloučenin se vzájemně liší vnitřním uspořádáním atomární struktury, která je charakterizována velikostí dipólového momentu a projevují se i makroskopicky rozdílným chováním v elektrickém poli.

Z těchto důvodů je třeba při popisu chování částice v elektrickém poli třeba uvažovat také působení dielektroforetické síly. Tato síla není vyvolána nábojem na částici, proto působí na i částice, které jsou bez povrchového náboje. Částice, které vznikají při elektrohydrodynamické atomizace jsou kulovité o poloměru *r* lze obecný vzorec upravit do následujícího tvaru (5.6). Pokud uvažujeme umístění částic různých kapalin do místa o konstantní intenzitě elektrického pole, pak lze tvar rovnice upravit na:

$$\vec{F}_{DEP} = 2\pi r^3 \varepsilon_p \nabla \left| \vec{E} \right|^2, \text{ kde}$$

r je poloměr částice, ε_p permitivita částice, *E* lokální intenzita elektrického pole.

V oblasti kolem nabitého hrotu, kde je vysoká intenzita elektrického pole, na částice převážně působí síla elektrická, Coulombovská. V oblasti kolektoru, který je uzemněn naopak převládá gravitační a síla odporu prostředí, naopak zcela zanedbatelná je síla elektrická, která působí až v těsné blízkosti, tj. do jednoho milimetru, od uzemněného sběrače, kterým jsou kapky nesoucí zbytkový náboj přitahovány a tím nepatrně urychleny.

Pozorováním bylo zjištěno, že částice se nepohybují po siločarách, což bylo předpokladem, ale na jejich pohyb působí síla, která je částečně vychyluje z optimální dráhy ke sběrači. Na částice kapaliny pohybující se v plynu působí po směru rychlosti v důsledku vnitřního tření aerodynamická odporová síla. Obecně je tato síla jmenována jako působení *sekundárního proudění* F_{sp} . Tato síla je vyvolána pohybem molekul vzduchu, vzniklým přítomností korónového výboje.

Další vstupní podmínkou pro popis chování částic v elektrickém poli je znalost jejich velikosti, rychlosti vypařování kapaliny a rozpadu primární kapky. Základní popis elektrostatického děje a odhad velikosti vznikajících částic popsal ve své práci

A. M. GAÑÁN [8]. Vztah (5.7) vychází ze základních vlastností pracovní kapaliny a nastaveného dávkování.

$$d = \left(1, 2\sqrt{\frac{Q.\rho.K}{\varepsilon_0.\gamma}} - 0, 3\right) \cdot \sqrt[3]{\frac{\gamma.\varepsilon_0^2}{\rho.K^2}}, \text{ kde}$$
5.7

Q je objemnové dávkování pracovní kapaliny, ρ hustota pracovní kapaliny, K elektrická vodivost pracovní kapaliny, ε_0 permitivita vakua a γ povrchové napětí pracovní kapaliny.

Distribuce velikosti částic při elektrostatických není prostorově rovnoměrná, jak je vidět na obrázku 13. [9] Podle velikosti lze oblasti rozdělit, jako oblast primárních, velkých kapek a satelitních, nebo také sekundárních kapek, které se vyskytují po obvodu kužele částic. Velikost částic se při základním uspořádání experimentu pohybuje v rozmezí 3 až 50µm. Elektrostatický proces s takovým rozsahem velikostí částic může být vyhodnocen metodou Global Imaging. V této práci byla uplatněna při vyhodnocování velikosti spreje laserová pulsní technika, založená na počítáních interferenčních proužků, tj. *Interferometric particle imaging - IPI*.



Dvojité maximum distribuce částic vypovídá o výskytu hlavních primárních kapek o větší velikosti (18µm) a menších satelitních kapek (10µm). Tato situace dobře koresponduje s grafickým znázorněním na obr. 6 [9]

Extrémní intenzity pole vedou k velmi úzké distribuci kapek. Taková distribuce je pro průmyslové aplikace nejžádanější, zároveň však při této intenzitě pole vznikají nestabilní režimy a také narůstají účinky proudění vyvolaného ionizací.

Obr. 5 Rozdělení kapek glycerinu při napětí A) 10kV a B) 20kV

 Scalar map: IPI Spatial Histogram.#1, 20×20 values (400)

 0.0
 4.5
 9.0
 13.5
 18.0
 22.5
 27.0
 31.5
 35.9
 40.4

Prostorové rozložení částic naznačuje větší počet částic o větším průměru kolem středové osy procesu a menších satelitních kapek při okraji.

B)

A)



V extrémním případě, kdy je proces přebuzení, vzniká velmi dlouhá stabilní část trysky, která vyplní většinu mezielektrodového prostoru. Tato tryska se rozštěpí ve třetí třetině mezielektrodového prostoru do velmi malých kapek 0 rovnoměrné distribuci. Proces v této fázi je však většinou nestabilní a přechází do nerovnoměrného odkapávání. Vznik větších kapek se v diagramu

Obr. 6 Glycerin, změna prostorového rozdělení částic při nárůstu napětí A) 14kV, B) 20kV

Rozbor sil na vlákně

Vlákno vytažené z roztoku působením elektrických sil se v prostoru mezi elektrodami orientuje ve směru gradientu pole tak, aby energie systému byla minimální (obr. 7). Pokud je intenzita pole dostatečná, na povrchu vlákna se indukuje povrchový náboj. Polarita náboje je opačná vůči nejbližší nabité elektrodě. Na rozdíl od kapiček si vlákno svůj náboj podrží i v oblasti mimo maximální lokální intenzitu pole. Indikovaným nábojem, který se nahromadí na konci vlákna, je vlákno přitahováno k opačně nabité elektrodě. Vlákna nesoucí povrchový náboj se orientují kolmo k povrchu elektrod, síla proudění působí pod určitým úhlem a dráhu vláken vychýlí. Povrch vláken, na který síla působí je větší než u kapek, proto důsledky způsobené touto silou se projevují ve větší míře a také mnohdy vyústí do deformace procesu.

Pohyb vláken je navíc omezen silami působícími uvnitř polymerního vlákna, které jeho pohyb zpomalují.



Obr. 7 Schéma sil působících na vlákno v elektrickém poli

Nastavení vhodného dávkování pracovní kapaliny

Pro stanovení optimálního dávkování dané pracovaní kapaliny, pokud vycházíme ze známých fyzikálních a chemických vlastností dané kapaliny, neexistuje jednotný popis, který by charakterizoval obecně všechny kapaliny.

Pro základní experimentální nastavení rozsahu hodnot dávkování dobře poslouží vztah

$$f = \frac{\gamma \varepsilon_0}{\rho K}$$
 odvozený z rovnováhy relaxačních časů sil působících na pracovní kapalinu.

Tento vztah je odvozen z poměrů relaxačních časů, tj. relaxačního času náboje a relaxačního času viskózního kapaliny. Velmi dobře vyjadřuje chování viskózních a těkavých kapalin, ať se jedná o roztoky polymerů, či čisté látky, např. glycerin, epoxidové pryskyřice.

Jednoduše lze dávkování roztoku popsat vztahem, který vyjadřuje závislost mezi přivedeným a odvedeným množstvím kapaliny. Množství odváděné kapaliny závisí na rychlosti pohybu výtrysku a jeho okamžitém průměru.

Základní popis dávkování roztoku je obecně vyjádřeno vztahem (5.8), který je dán závislostí mezi přivedeným a odvedeným množstvím kapaliny. Výchozí podmínkou pro nastavení dávkování pracovní kapaliny vedoucí k zachování stabilního výtrysku je vztah:

$$Q = \pi r_f^2 v_f$$
 5.8

Tento vztah vyjadřuje množství kapaliny odvedené stabilním výtryskem o průměru *r*, rychlostí *v* (obr. 8).



Obr. 8 Schéma měřené oblasti stabilního výtrysku

Pozorování tohoto jevu bylo provedeno při nulovém dávkování, tzv. zvlákňování z kapky. Pracovní kapalinou byly nejpoužívanější látky: voda, etanol, glycerin, 4% a 16% vodný roztok PVA. Vizualizace pohybů kapky byla provedena měřicí technikou PIV. Pracovní kapaliny byly syceny vysoko fluorescenčními částicemi velikosti 54nm exitující na vlnové délce 570nm.

Rychlost pohybu výtrysku byla také měřena při nulovém dávkování. Po zahájení procesu kapka o definovaném objemu po určité době zanikne vlivem vyčerpání kapaliny výtryskem. Protože rychlost pohybu výtrysku není ovlivněna dávkováním, tímto měřením získáváme hodnoty, které nejsou ovlivněné působením hydrostatické síly. Působením vnějšího elektrického pole je vyvolána rychlost pohybu výtrysku až 70m/s, z tohoto důvodu může být zanedbán vliv působení gravitační síly pro tuto oblast. Vyloučení gravitační síly bylo potvrzeno opačně zapojeným experimentem, tzv. elektrostatickou fontánou, kdy rychlosti pohybu segmentů výtrysku byly totožné.



Obr. 9 Nastavení optimálního dávkování pro kapiláru o poloměru 1mm

Graf (obr. 9) vyjadřuje optimální dávkování vyjádřená z množství kapaliny odebrané výtryskem a odpařené z oblasti kužele. Ačkoliv se odpařování výrazně neprojeví ve vztahu dávkování, není zanedbatelné při časovém posuzování procesu. V průmyslových aplikacích běží elektrostatický proces i několik desítek minut. Tento čas je již dostatečný k tomu, aby došlo k zatuhnutí kuželu a kolapsu procesu.

Pro vytvoření stabilního výtrysku musí být splněna podmínka nerovnosti mezi elektrickým relaxačním časem a hydrodynamickým relaxačním časem, tj. $t_e \ll t_h$ [10][11] Z této nerovnosti lze teoreticky vyjádřit průměr výtrysku (5.9), který je charakteristický pro pracovní kapalinu o určitých vlastnostech.

$$d = \sqrt[3]{\frac{\gamma \varepsilon_0^2}{\left(\rho K^2\right)}}, \text{ kde}$$
 5.9

 γ je povrchové napětí mezi roztokem a vzduchem, ε_0 permitivita vakua, ρ hustota pracovní kapaliny, K vodivosti pracovní kapaliny.

Tento vzorec vyjadřuje hodnotu průměru při stabilním režimu procesu a optimálním nastaveném napětí. Hodnoty průměrů stabilního výtrysku získané tímto výpočtem jsou pro etanol 0,5mm, glycerin 0,4 mm, 4% roztok PVA 0,3 mm a pro 16% roztok PVA 0,8 mm.

Průměr výtrysku je podložen setrvačností kapaliny, tj. kinetickou energií trysky, která se v počátečním bodě vzniku výtrysku rovná povrchovému napětí kapaliny, vyjádřením rychlosti pohybu kapaliny *v* a dosazením za průměr výtrysku *d* získáme vztah (5.10)

$$\nu = 2\sqrt[3]{\frac{\gamma K}{\varepsilon \rho}}$$
5.10

Mezi prouděním kapaliny v stabilní části výtrysku a proudění dávkovací kapilárou je vyjádřeno rovnicí

$$Q_k = Q_f$$
, kdy $Q_f = \frac{\pi}{2} \frac{\gamma \varepsilon}{\rho K}$ 5.11

Experimentální měření ukázala, že průměr stabilní části výtrysku není závislý na průměru použité kapiláry. Z tohoto vztahu lze zpětně vyjádřit průměr vzniklého výtrysku a rychlost proudění výtryskem. (5.12) Problém je v nastavení optimálního dávkování.

$$Q_f = d_f^2 \cdot v_f \tag{5.12}$$

Pro úplné vyjádření vhodného dávkování je třeba do této rovnováhy započítat rychlost vypařování kapky. Během času, který je nutný k vytvoření kapky, dochází k jejímu odpařování. Měření rychlosti vypařování bylo provedeno v rámci pracovní stáže na universitě v Sheffieldu, tenzometrem First Ten Armstrong. Tento tenzometr pracuje na principu stínové metody, kdy jsou kapky nebo bublinky prosvěcovány difúzním světlem. Systém je propojen s počítačem, který řídí snímání obrazů a umožňuje jejich analýzu prostřednictvím programu *FTA32*.

Provedením výpočtu lze odhadnout rychlost vypařování kapky velké 3µl, což odpovídá velikost počáteční kapky při zvlákňování z kapiláry na jehlovém laboratorním zvlákňovacím zařízení. Při konstantních podmínkách proudění okolního vzduchu 1m/s se objem 3µl pracovní kapaliny vody odpaří za 2,3hodiny, etanolu za 53minut, glycerinu a cyklohexanu za 25minut.

V laboratorních podmínkách je doba běhu procesu v rozmezí do 30minut, při dlouhodobém běhu procesu, tj. nad 1 hodinu, se již začne projevovat vliv odpařování, a to hlavně na kapce při kapiláře, která tímto zatuhne a dojde ke kolapsu procesu. Procesy, které zpracovávaly roztoky, jejichž rozpouštědlem byly právě těkavé kapaliny jako etanol nebo chloroform, kolabovaly již po několika minutách a muselo dojít k čištění nebo výměně kapiláry. Z toho důvodu je třeba při dlouhodobých aplikacích elektrostatických procesů uvažovat i s tímto negativním faktorem.

6. EXPERIMENTÁLNÍ STUDIUM A VIZUALIZACE ELEKTROSTATICKÉHO

ROZPRAŠOVÁNÍ A ZVLÁKŇOVÁNÍ

Elektrostatické procesy vedoucí k tvorbě částic přinášejí řadu pozitivních vlastností, tj. možnost ovlivnění finálního produktu, dosažení velmi malých rozměrů částic nebo aktivní řízení usazování částic na podkladových materiálech. K těmto výhodným vlastnostem se řadí i několik jevů, které pohyb částic druhotně ovlivňují a které jsou přímo provázány se vznikem procesu a vycházejí z jeho základních principů. Mezi takové jevy se řadí vznik korónového výboje a s tím související ionického proudění, které ovlivňuje proudění celého prostředí.

Štěpení výtrysku a vznik částic

Vznik částic, tj. vláken a kapek, v elektrostatickém poli je podmíněn rozpadem stabilní části trysky. Jedním z významných faktorů, které ovlivňují prvotní štěpení je vyjádřen *Rayleigh Taylorovou nestabilitou*. Rayleighova Taylorova nestabilita (RT nestabilita) vzniká na rozhraní dvou tekutin různých hustot (kapalina, plyn). Další typickou nestabilitou, která se může rozvinout na rozhraní dvou prostředí je *Kelvinova Helmholtzova* (KH) nestabilita. Vzniká tam, kde se vůči sobě obě prostředí pohybují (rychlý pohyb kapalinné trysky vůči okolnímu prostředí). Při dostatečně velikém rozdílu rychlostí dojde k rozvoji nestability i tehdy, pokud je situace RT stabilní. KH nestabilita vzniká také při velkém gradientu rychlosti.

Obecně, lze chování stabilního výtrysku klasifikovat podle základního dělení sloučenin na polární a nepolární. Polární sloučeniny (voda, etanol) a polymery s polárním rozpouštědlem tvoří velmi krátký stabilní výtrysk a velmi blízko nabité kapiláře se štěpí do jemných částic.



Obr. 10 Rozpad kužele destilované vody etanolu a 4% vodného roztoku PVA, situace při 16kV, vzdálenost elektrod 120mm

Nepolární kapaliny (glycerin, chloroform) jsou charakteristické velmi dlouhým stabilním výtryskem (až 5cm).



Obr. 11 Změna chování glycerinu v závislosti na napětí – stínová metoda, při 13, 16 a 20kV

Sledování pohybu částic v elektrostatickém poli

Vyhodnocení pohybu částic generovaných a unášených elektrickým polem lze rozdělit do dvou celků, *oblasti v okolí nabité kapiláry* a *oblast uzemněného kolektoru*. [21]

Okolí nabité kapiláry, tzv. *transportní oblast*, vykazuje velmi vysokou lokální intenzitu pole, která kvadraticky se vzdálenosti od kapiláry klesá. Vliv intenzity elektrického pole se projevuje v chování částic. Částice vyskytující se v této oblasti nesou elektrický náboj, jehož množství je úměrné jejich velikosti. Polarita náboje částic a kapiláry je stejná, tj. mezi jednotlivými částicemi a kapilárou vzniká odpudivá síla, která způsobuje vychýlení trajektorie částic.

V okolí kolektoru se projeví pohyb větších částic ze středu spreje, které si udrží část svého náboje a v blízkosti kolektoru elektrická síla způsobí jejich přitahování. Odlišná

situace nastane, pokud je napětí přivedeno na kolektor, pak v okolí převládá elektrostatická síla, která částice opačně nabité, urychluje.

Vizualizace elektrostatického zvlákňování

Vizualizace vláken při elektrostatickém zvlákňování je omezena jejich vnějším průměrem. Pozorování a měření pohybu vláken je za běžných podmínek velmi obtížné. Vlákna jsou průhledná, velmi tenká a jejich pohyb je ve třech směrech. Ohybové nestability vláken komplikují měření tím, že se na jejich zakřiveném povrchu rozptyluje světlo.

Jednou variantou, která umožňuje měřit rychlost pohybu vláken, bylo nasycení pracovní kapaliny fluorescenčními částicemi. Vyhodnocením vláken zachycených kyvadlem byl zjištěn průměr vláken a jeho změna napříč polem. Fluorescenční částice, které by mohly být vláknem neseny, aniž by ovlivňovaly jeho pohyb, měly velikost 54nm. Tyto částice jsou vyráběny také ve vysoce fluorescenčním provedení. Světlo, které vyzáří na vlnové délce 570nm je velmi intenzivní a zachytitelné citlivou digitální kamerou.

Druhý problém, který nebylo možné vyřešit, byl prostorový pohyb vláken. Ačkoliv byly pořízeny záznamy pohybu vláken v řezech, tyto řezy na sebe časově nenavazovaly a nebylo tudíž možné poskládat celkové chování vlákna. Z tohoto důvodu byl pohyb vláken vyhodnocen pouze ve středu trysky. V této oblasti je pravděpodobnost výskytu vláken nejvyšší a lze statisticky vyvodit celkový pohyb vláken. Při sycení vláken částicemi, částice se v laserovém řezu jeví jako samostatné body a není zřejmá jejich návaznost, tj. nejsou vidět vlákna, která je propojují.

Další možností zviditelnění vláken je využití *lokálních nestabilit*. Lokální nestability (obr. 12) v podobě korálků navlečených na vlákně vznikají mírně zvýšeným dávkováním roztoku, než je jeho optimální hodnota pro tvorbu hladkých vláken. Další možností jak docílit lokálních nestabilit, je změna povrchového napětí. Každá nestabilita odráží světlo jako částice a přitom přesně sleduje pohyb vlákna. Záchytem vláken v různých částech procesu bylo zjištěno, že nestability jsou po vlákně rozestoupeny v pravidelných intervalech, které se během pohybu vlákna polem příliš nemění (obr. 13).



Obr. 12 A) Nahoře vizualizace vláken a níže jejich snímek pořízený elektronovým mikroskopem. B) Vizualizace vláken s nestabilitami.

Měřením byl zjištěn poměr velikosti nestabilit vůči vznikajícím vláknům. Tento poměr je prostorově zachován a se ztenčováním vláken dochází ke zmenšením průměrů nestabilit. Nejmenší průměr nestabilit stále zůstává v mezích pozorovatelnosti optickými metodami. Vzdálenost jednotlivých nestabilit na vláknu je konstantní a mění se v porovnání s tenčením vlákna velmi málo.



Obr. 13 Chování vláken v elektrostatickém poli se mění v závislosti na napětí, vodivosti a povrchovém napětí pracovní kapaliny, záběry pořízené měřicí technikou PIV

7. SEKUNDÁRNÍ PROUDĚNÍ PŘI ELEKTROSTATICKÝCH PROCESECH

Laboratorní jehlové zvlákňovací zařízení využívá dávkování pracovní kapaliny kapilárou. Kapilára je v podstatě dutá tupá jehla, která bývá často povrchově upravena tak, aby se zlepšily její užitné vlastnosti. Tenká kapilára v elektrostatickém poli se chová jako hrot o velmi malém poloměru zakřivení. Při konfiguraci elektrod s malým poloměr zakřivení, nebo velké mezi elektrodové vzdálenosti, vzniká na nabitých elektrodách korónový výboje. Koronou je nazýván neúplný samostatný výboj vznikající u elektrod, je-li vzdálenost mezi elektrodami poměrně velká a mají-li elektrody malý poloměr zakřivení (obr. 33). Pole v okolí elektrod je nehomogenní a u elektrod vzniká velká intenzita pole, kdežto v ostatním prostoru mezi elektrodami je intenzita pole malá. Zvýšením napětí na elektrodách dosáhne intenzita pole hodnot, která je nutná pro vznik nárazové ionizace. Elektrody se obklopí slabě svítící vrstvou, jejíž vzhled dal jevu název. Při korónovém výboji dojde k ionizaci plynu s vyzářením volné energie v podobě fotonů. Již v oblasti kolem nabité elektrody dochází k rekombinacím iontů s volnými elektrony.

Záření, které vzniká v bezprostředním okolí elektrody, podmiňuje vznik další ionizace. Z hrotu elektrody, který je obklopen korónovým výboje stéká tzv. *elektrický vítr*. Z těchto tvrzení vyplývá, že pozorovatelná přítomnost korónového výboje vypovídá o probíhající ionizaci vzduchu a tím i pohybu jeho molekul. Pohybující se náboje (ionty) reagující s elektrostatickým polem zesilují ohybovou nestabilitu procesu, povrchové napětí a viskoelastické působení těchto sil.



Obr. 14 Korónového výboje na kapiláře a jiskrového výboje v Petriho misce

Nejmenší intenzita elektrického pole, nutná pro vznik korónového výboje, je dána poměrem mezi plochou elektrod a jejich vzdáleností. Základní vztah (7.1) popsal F. W. PEEK [12 - 14]

$$e_{v} = m_{v}g_{v}\delta r ln\left(\frac{S_{el}}{H}\right)$$

$$7.1$$

Podle tohoto vztahu se korona na leštěné elektrodě objeví již při 5,8kV. Tato hodnota odpovídá experimentálnímu pozorování.

Vliv korónového výboje na pohyb částic vzduchu

Při dostatečně vysoké hustotě náboje, která je zejména na hrotech o velmi malém poloměru zakřivení, dochází k pohybu elektronů. Pokud dodáme hrotu elektrický náboj, molekuly vzduchu v okolí se nabijí a jsou od hrotu odpuzovány. Pohyb nabitých molekul vzduchu je příčinou vzniku tzv. elektrického větru. Jeho přítomnost byla již mnohokrát prokázána jednoduchým experimentem s plamenem svíčky, kdy při velmi vysokých intenzitách pole může dojít až k jeho sfouknutí. Tím byla prokázána existence vlivu elektricky vyvolaného proudění, které působí při elektrostatických procesech na pohyb částic a negativním způsobem ovlivní usazení částic na sběrači.



Obr. 15 Princip ionizace částic vzduchu [15]

Kvantitativní vizualizace sekundárního proudění metodou PIV

Po prvotním kvalitativním posouzení elektrostatických procesů šlírovou a interferenční metodou, které přinesly základní informace o tvaru a průběhu vznikajícího sekundárního proudění, bylo přistoupeno k další metodě, která by sekundární proudění analyzovala kvantitativně.

Vizualizace a měření proudění v okolí elektrod byla provedena s využitím sytícího zařízení SAFEX a generátoru olejových částic. Dielektrická konstanta olejů je obecně velmi nízká, tj. jedná se v podstatě o dielektrika a nepolární látky. Pokud v látce vzniknou působením elektrického pole elektrické dipóly, vykazuje stejné chování jak při působení kladného, tak záporného napětí. Nedochází k přitahování kapiček pracovní kapaliny vlivem elektrických sil a částice jsou unášeny pouze vzniklým prouděním. Tuto teorii dokazuje experiment, při kterém je na stejné uspořádání elektrod jednou přivedeno kladné a posléze stejné záporné napětí, 6kV.

Proudění vzduchu vyvolané pohybem iontů dosahuje poměrně nízkých hodnot – 0,2m/s, proto jej nelze považovat za faktor způsobující rozpad trysky a následné atomizace, který se vyskytuje při vysokých rychlostech obtékání tenkých vrstev kapalin.

Mezielektrodová vzdálenost 100mm. Syceno pneumatickým generátorem olejových kapek. Při napětích A) 10kV a B) 15kV.

Proudění při konfiguraci hrot - bod.



Proudění při konfiguraci hrot - hrot.



Proudění při konfiguraci hrot - velká plocha, průměr 50mm





0.000 0.076 0.152 0.228 0.303 0.379 0.455 0.531 0.607 0.683 0.759 0.834 0.910 0.986 1.062

Pro průmyslovou praxi má sekundární proudění negativní efekt, protože může být jedním z faktorů, které způsobují, snos částic ze sběrače. Vizualizace sekundárního proudění metodami využívající sytící částice byla potvrzena metodami, které vyžívají principu změny indexu lomu prostředí.

Odhad rychlosti sekundárního proudění

Rychlost sekundární proudění vyvolaného pohybem molekul lze řešit rozborem kinetických energií. Celková energie připadající na jeden pohybující iont, která je dodávána do elektrostatického procesu prostřednictvím vysokého stejnosměrného napětí a velmi malých elektrických proudů, je dána velikostí vstupního napětí a elementárního náboje *e*. Přesná hodnota byla vyvozena ze znalosti součtů hmotností protonů, neutronů a zbytku elektronů v ionizované molekule. Při výpočtu není uvažována s výskytem strimerů a korona je stacionární.

Celková vstupní energie, vztažena na celý systém, je pro vstupní napětí 15kV, proudu 100mA a vzdálenosti elektrod 110mm rovna kinetická energii driftujících iontů podle Wannierovy formulace [15]:

$$W = \frac{1}{2} (m_g + m_i) \cdot v_d^2 + \frac{3}{2} k T_g, \, \text{kde}$$
 7.2

Síla přenesená z iontů na molekuly neutrálního plynu $F_e = qn_iE_i$ a $F_e = m_gn_ga$, vyjádřením rychlení $a = \frac{q.n_iE}{m_gn_g}$ z obou vztahů. Časová konstanta pro mezimolekulovou vzdálenost plynu $l=t_g$, pro ionty t_i : základní výraz pro rovnoměrně zrychlený přímočarý pohyb: $l = \frac{1}{2}at^2$, odtud vyjádření t_g a dosazením za a:

$$t_g = \sqrt{2\frac{l}{a}} = \sqrt{2\frac{lm_g n_g}{qn_i E}}$$
7.3

Směrovaná kinetická energie vztažená pro plyn: $W = F_e$. *l*, energie spotřebovaná na pohyb molekul plynu je $W_g = qn_i El$. Energie spotřebováná za dobu t_g elektrickým polem: $W = U.j_{sat}.t_g = lEj_{sat}t_g$, kde $n_i = \frac{j_{sat}}{q\mu E}$

Výsledná rychlost pohybu molekul plynu vychází ze základní rovnice přímočarého pohybu : $l = \frac{1}{2}at^2$, dosazením za $t t = \frac{v}{a}$ dostaneme vyjádření pro dráhu $l = \frac{1}{2}\frac{v^2}{a}$.

Z tohoto vzorce vyjádřením rychlosti molekuly plynu v_g získáme vztah:

$$v_g = \sqrt{2la}$$
, úpravou vztahu $v_g = \sqrt{\frac{2Hj_{sat}}{m_g n_g \mu}}$ 7.4

Dosazením následujících parametrů do vztahu (7.4), kde

H je vzdálenost elektrod,

 j_{sat} saturační proud $j_{sat} = 2\mu\varepsilon_0 \frac{U^2}{d}$, po dosazení ε_0 8,85pF/m a μ elektrické pohyblivosti iontů se vztah zjednoduší na $j_{sat} \approx 4\frac{U^2}{d}$, což při vstupním napětí 15kV a vzdálenosti elektrod 110mm činí $j_{sat} = 2\mu A$, pak plošná hustota saturačního proudu je 0,18 μ A/cm², E/n_g 5.10⁻²¹Vm²,

- μn_g 5,4.10²¹ (Vms)⁻¹,
- m_g hmotnost protonů (1,67.10⁻²⁷kg), počet protonů v jedné molekule plynu, tj.molová hmotnost vzduchu (28,96 kg/mol), pak celková hmotnost molekul vzduchu odpovídá 29x1,67x10⁻²⁷ kg.

Dosazením do vzorce (7.4) se střední rychlost pohybu molekul $v_d \approx \sqrt{1,5} = 1,22m/s$. Vypočítaná střední rychlost pohybu molekul vzduchu odpovídá rychlosti naměřené PIV technikou při sycení prostoru mezi elektrodami olejovými kapkami, kdy střední rychlost pohybu kapek se pohybovala okolo 1,15m/s. Tato rychlost závisí na vzdálenosti elektrod a použitém napětí a při změně těchto parametrů se liší. Energie, která vyvolá pohyb molekul vzduchu a tím sekundární proudění odpovídá 6,17% celkové energie dodané systému. Elektrostatické procesy však probíhají při intenzitách elektrického pole, kdy vzniká korónový výboj, většina energie je spotřebována právě na tento výboj a účinnost procesu na pohyb částic je nižší.

8. VZÁJEMNÝ VLIV SEKUNDÁRNÍHO PROUDĚNÍ A ELEKTROSTATICKÝCH

PROCESŮ

Při průmyslové výrobě částic pomocí elektrostatických metod je záchyt částic na požadované vrstvě stále značným problémem. Většinou má na vytvoření neefektivní vrstvy vliv izolační pokladový materiál. Jak bude objasněno v této kapitole, svoji úlohu v této fázi procesu uplatňuje i okolní proudění vyvolané pohybem iontů a molekul vzduchu mezi elektrodami.



 Uzemněný sběrač jako hrotová elektroda.

Pavučina z jemných vláken, usazených na skle experimentálního boxu.

Obr. 16 Vznik náhodné struktury vláken uvnitř experimentálního boxu.

Přestože jsou splněny podmínky uzemněných vláken i celé vlákenné vrstvy, lze pozorovat odklon vláken od sběrače. Vlákna i částice se od uzemněného sběrače odklánějí a usazují se na okolních izolovaných předmětech (obr. 16).

Problematické chování částic některých kapalin lze proto vysvětlit rozborem převládajících sil. Pokud kapalina obsahuje dostatečné množství volných nábojů (polární dielektrikum), lze uvažovat o převládající elektrické síle. Pokud je kapalina nepolárním dielektrikem, převládající silou působící na pohyb částic je síla dielektroforetická.

Vliv intenzity elektrického pole na chování polárních a nepolárních kapalin

Chování částic polární pracovní kapaliny lze velmi dobře ovlivni prostorovým rozdělením intenzity pole. Prostorové rozdělení složek intenzity pole ve směru osy $x - E_x$ a $y - E_y$ velmi dobře koresponduje s výsledky PIV měření pohybu kapek (obr. 17) a rozboru složky rychlosti v_y , která odpovídá odpuzování částic od kapiláry a jejich přitahování sběračem a v_x , která vystihuje vzájemné odpuzování shodně nabitých kapek v okolí kapiláry. Tento vztah byl prokázán při jednoduchém experimentu, kdy byla zaměněna polarita elektrod. Pracovní kapalinou byl etanol, tzn. polární látka. Při první části experimentu byly kapky výrazně přitahovány ke sběrači, což ovlivnilo i jejich pohyb a zrychlení. Plocha kladně nabitého sběrače ovlivnila pohyb i částic pohybujících se mimo kolektor, tyto částice změnily dráhu pohybu. Nejvyšší rychlost v okolí nabité kapiláry a uzemněného kolektoru se pohybovala okolo 4,5m/s, nejvyšší rychlost v těsné blízkosti kolektoru byla naměřena 5m/s (obr. 17).

Experiment, při kterém se využívá přepólování elektrod, je běžně využíván při hledání vhodné elektrodové konfigurace pro danou pracovní kapalinu. Při základním experimentu byla prokázána možnost použití PIV metody, jako vizualizačního prostředku při výzkumu elektrostatických procesů. Takto nastavený experiment je však principiálně chybný. Pojem přepólování je nepřesný, protože při změně zapojení přívodního napětí na různě velké elektrody (hrot - disk) dochází k celkové změně geometrie elektrického pole. Přesnější vliv přepólování změnou přiváděného napětí by bylo možné uskutečnit při stejně velkých elektrodách, např. konfiguraci hrot-hrot, která je dále v této práci využívána.



Skalární mapa velikostí rychlosti pohybu částic kapek etanolu a naznačený směr hlavního pohybu částic. Napětí je přivedeno na sběrač.



Skalární mapa velikostí rychlosti pohybu částic kapek etanolu a naznačený směr hlavního pohybu částic. Napětí je přivedeno na kapiláru.

Obr. 17 Skalární mapa rozložení rychlosti pohybu kapek etanolu, vyjádření vertikální složky rychlosti v_x a horizontální složky rychlosti v_y při přivedení pozitivního napětí na sběrač a kapiláru.

Po změně přiváděného napětí na elektrody, kdy bylo napětí přivedeno přímo do roztoku, byl patrný vliv převládajícího náboje v blízkosti kapiláry, masivní nárůst horizontální složky rychlosti, způsobený odpudivými silami mezi kapičkami. Na blízkost sběrné elektrody reagovaly pouze kapičky pohybující se po nejkratší

trajektorii směrem ke kolektoru. Kapky, které byly ze své dráhy vychýleny, dále od sběrače jím již nebyly ovlivněny.

Testování vlivu přepólování elektrod bylo provedeno i na nepolární kapalině (glycerin). Z pořízených fotografií je zřejmé, změna geometrie intenzity elektrického pole nemá na chování kapaliny vliv v takové míře, jaký je na polární kapaliny.

Polarita vyjadřuje rozdělení náboje uvnitř molekul. Tato vlastnost je určena elektronegativitou vazby mezi jednotlivými atomy. Pro polární látky je charakteristické nerovnoměrné rozdělení elektrického náboje. Molekulu polární látky je možné rozlišit na kladnou a zápornou oblast – pól. Molekula vytváří elektrický dipól. Kladné a záporné póly takových molekul se přitahují. U polárních látek je elektrický dipól přítomný i bez působení vnějšího elektrického pole. Umístěním polární látky dojde k pouze k orientaci a uspořádání elektrických dipólů. Právě vznikem dipólu si lze vysvětlit odlišné chování nepolární látky.

Odhad a porovnání sil působících na částice polárních a nepolárních látek při elektrostatických procesech

V průmyslových aplikacích je častým problém vhodná konfigurace elektrod. Z důvodů minimalizace zvlákňovacích komor se zmenšují i elektrody, zejména pak plocha sběrače, která je ve výsledku téměř stejná s plochou nabíjených kapilár. Při stejně velkých elektrodách se začínají projevovat vlivy vznikajícího sekundárního proudění. Sekundární proudění ovlivňuje chování kapek nepolárních kapalin negativním způsobem. Nepolární kapaliny (aceton, hexan, chloroform) jsou častými rozpouštědly moderních polymerů, u nichž se vyžaduje nerozpustnost ve vodě. Roztoky polymerů dosahují nejvýše 20% a proto i chování takových roztoků je obdobné chování čistých nepolárních látek.

Intenzita pole, které je nutné k vytvoření dipólu u částic glycerinu v elektrické poli vyvozená ze vzorce $E = \frac{\mu}{\alpha} = \frac{\mu N_A}{P3\varepsilon_0}$, je 1,21x10⁵V/m. Při vzdálenosti elektrod 100mm musí být na jednu z elektrod přivedeno napětí minimálně 12kV. Tak vysoké napětí již vytvoří ionizaci, která přispěje k pohybu molekul a vývoji sekundárního proudění. U nepolárních látek převládající silou, která působí jejich pohyb elektrickým polem je síla dielektroforetická. Elektrostatický proces byl měřen při stálé konfiguraci elektrod hrothrot, s přívodním stejnosměrným kladným napětím 15kV a vzdáleností elektrod 120mm. Při nastavených hodnotách je charakteristická velikost částic pro etanol 7 μ m, glycerin 18 μ m, voda 10 μ m v oblasti okolí kapiláry, hodnoty byly měřeny metodou IPI. Velikost částic není konstantní, ale naopak proměnná s okamžitou polohou, rychlostí pohybu a na čase τ_h čase, za který se vypaří určité množství kapaliny z povrchu kapky.



Obr. 18 Skalární mapa rozložení intenzity elektrického pole s vyznačeným vektorem intenzity pole při vstupním napětí 15kV a vzdálenosti elektrod 120mm.



Obr. 19 Průběh intenzity elektrického pole E v ose elektrod

Proti silám vnějšího elektrického pole, které urychlují pohyb kapky směrem k elektrodě s opačným nábojem, působí odporová síla prostředí. Velikost dielektroforetické síly působící na kapky glycerinu je v oblasti sběrače o 10⁴ menší než síla sekundárního proudění. Částice vody, jakožto polární kapaliny jsou ovlivněny působením stálého dipólu a nábojem, proto u těchto kapalin síla sekundárního proudění není tolik výrazná

ve srovnání s glycerinem, nicméně ji můžeme zaznamenat při experimentech, kdy mění trajektorii částic v těsné blízkosti sběrače.



Obr. 20 Porovnání sil působících na pohyb kapek při konfiguraci elektrod hrot – hrot, vzdálenosti 110mm a napětí 15kV.

Vlivu sekundárního proudění na částice polární kapaliny

Vliv sekundárního proudění byl testován na polárních kapalinách, voda a etanol. Geometrie spreje etanolových kapek je poměrně stabilní i při napětí 10kV, při vyšším nárůstu napětí se začíná projevovat výraznější vliv sekundárního proudění. Spolu s nárůstem napětí vzrůstá i pohyb iontů vzduchu, který vyvolá následně proudění od nabité elektrody k uzemněné. Nárůst této působící síly je dobře patrný na výsledných skalárních mapách rychlostí kapek etanolu, které zobrazují pohyb kapek polem i bezprostřední pohyb v blízkosti sběrače. Celá situace je dobře patrná při konfiguraci elektrod hrot-hrot. Vznik sekundárního proudění a jeho působení na chování částic dvou různých kapalin bylo prokázáno jak matematickým výpočtem, tak přímou konfrontací výsledků.

Při konfrontaci byly porovnány vektorové mapy pohybu částic a vektorové mapy pohybu sytících částic, které sledují sekundární proudění. Odečtením obou vektorových map vznikla výsledná mapa pohybu částic kapaliny bez vlivu sekundárního proudění (obr. 21). Výsledky jsou zobrazeny v podobě proudnic. Výsledné proudnice po odečtu sekundárního proudění mají stabilnější průběh a jsou více mířeny na sběrač. Z této konfrontace vyplývá zřejmé ovlivnění pohybu částic sekundárním prouděním.

Obdobné chování jako u polárních kapalin lze očekávat i u roztoků polymerů, jejímž rozpouštědlem jsou právě polární kapaliny. Příkladem je 4% vodný roztok PVA (polyvinilalkohol), jehož chování odpovídá chování polárních látek. Pro účely experimentů byla pro přípravu PVA roztoků použita destilovaná voda, tudíž byl zaručen opakovatelný výsledek pozorování i měření. V průmyslových aplikacích je destilovaná voda nahrazenou pitnou vodou, proto i výsledky jsou často odlišné, co do průměru vláken, tak chování kapaliny v elektrickém poli.



Obr. 21 Znázornění vlivu sekundárního proudění na pohyb částic etanolu při 10kV A) trajektorie přirozeného pohybu kapek, B) proudnice sekundárního proudění, C) situace po vzájemném odečtení vektorů rychlosti kapek a sekundárního proudění

Při experimentech byla měněna uzemněná elektroda za bod, hrot, disk o průměru 30mm a disk o průměru 50mm. S větším rozdílem ploch elektrod se efekt vychýlení výtrysku snižoval, až při poměru plochy elektrod 1:10 zcela zanikl a vlákna byla orientována a zachytávána pouze sběračem (obr. 22). Při napětích kolem 20kV je proces sám o sobě nestabilní, výtrysk se rozdvojuje, tudíž trajektorie pohybu částic v okolí sběrného disku je rozkmitaná a nestabilní. Ke zvýšení stability procesu a zacílení pohybu částic polárních kapalin velmi dobře přispívá zvýšení vodivosti roztoku přidáním anorganických solí, nebo změnou povrchového napětí pomocí surfaktantů.



Obr. 22 Pohyb vláken 16%PVA při elektrodové konfiguraci A) hrot – hrot a B) hrot - disk

Vlivu sekundárního proudění na částice nepolární kapaliny

Vliv sekundárního proudění na chování nepolárních kapalin byl měřen se zástupcem nepolárních kapalin, kterým je glycerin. Chování částic glycerinu je v podstatě ovlivněno již v první fázi jejich vzniku. Rychlost pohybu částic byla měřena v okolí kolektoru (obr. 23). Při tomto měření se jednalo o sledování poklesu dopadové rychlosti vlivem sekundárního proudění. Zatímco u etanolu došlo pouze ke změně geometrie spreje, u glycerinu rychlost poklesla téměř o řád z původních 2,4m/s na 1,8m/s. Takový pokles rychlosti lze odůvodnit rozštěpením, vychýlením trysky a vznikem velmi jemných kapek (jednotky mikrometrů). Při vychýlení trysky na 60°do osy elektrod jsou částice velmi vzdálené sběrači a ztrácejí rychlost, která je jim udělena odpudivou silou elektrického pole a dopadají na sběrač díky působení gravitační síly.



Obr. 23 Pohyb částic glycerinu A) vektorová mapa rychlostí pohybu kapek, B) situace pohybu kapek vyjádřená proudnicemi po odečtení vlivu sekundárního proudění

Vliv převažujícího sekundárního proudění je viditelný při zvlákňování roztoků nepolárních kapalin. Příkladem byl vybrán 10% roztok e-kaprolaktonu ve chloroformu. Tento roztok vytváří velmi dlouhý stabilní výtrysk, až 5cm, který snadno přechází v lemový mód, jak je vidět na obrázku 24. Výsledkem zvlákňování jsou velmi jemná

vlákna, (150 – 200)nm, málo rozpustná ve vodě, vhodná pro biologické aplikace. Problémem pro průmyslové využití je právě odchýlení vláken od sběrače a jejich náhodné usazování na okolních stěnách zvlákňovacího boxu. Měření metodou PIV odhalilo vírové struktury v oblasti sběrače, které zamezují usazení vláken. Rychlost vláken v této oblasti dosahuje maximálně 0,5m/s, proto jsou vlákna zřejmě ovlivněna sekundárním prouděním. Vliv sekundárního proudění pak převažuje zejména při konfiguraci elektrod se stejně velkým povrchem, např. v uspořádání hrot – hrot. V extrémním případě velmi jemných vláken jsou vlákna zcela odnesena ze sběrače a usazena na okolních předmětech.



Obr. 24 Vírové struktury proudění v okolí sběrače.

Možným řešení problému může být změna poměru velikostí elektrod. Jak již bylo popsáno v předcházející kapitole, vizualizace sekundárního proudění metodou PIV při různých konfiguracích elektrod přinesla zajímavé výsledky při poměru ploch velikostí více jak 1:10. Při tomto poměru dochází k rozdrobení předtím kompaktního sekundárního proudu a tím i snížení střední rychlosti proudění z původní hodnoty 1,05m/s až na 0,55 m/s.

9. Závěr

Cílem disertační práce bylo experimentální studium a vizualizace elektrostatických procesů, tj. elektrostatického rozprašování a zvlákňování. Důležitou součástí výzkumu byla studie a vizualizace chování proudu pracovní kapaliny v závislosti na jejich fyzikálních vlastnostech a parametrech zařízení, tj. nastavení napětí, dávkování pracovní kapaliny a konfigurace elektrod.

Metodika navržených experimentů a postupů pro vyhodnocování elektrostatických procesů navázala na zevrubnou rešerši, zaměřenou na analýzu současných směrů řešení problematiky vizualizace, měření a vyhodnocování elektrostatických procesů.

Za účelem experimentálního studia problematiky elektrostatického rozprašování a zvlákňování bylo navrženo a sestrojeno laboratorní zařízení umožňující bezpečný optický přístup k všem fázím procesů a variabilní nastavení elektrod, přívodního napětí a dávkování pracovní kapaliny.

Současně s laboratorním zařízením byl vytvořen model v programu QuickFieldTM simulující průběh intenzity elektrického pole v závislosti na uspořádání a geometrii elektrod laboratorního zařízení, který poskytl data pro teoretický popis některých aspektů elektrostatického procesu.

Na základě analýzy vlastností a parametrů dostupné měřicí techniky byly pro studium elektrostatických procesů zvoleny tři základní měřicí techniky – PIV, IPI a stínová metoda. Výsledky těchto metod byly doplněny o kvalitativní vizualizaci s využitím interferometrie a šlírové metody. Velké a systematické úsilí bylo věnováno zlepšení kvality a kontrastu kvantitativní vizualizace zkoumaných mikroobjektů. Významný posunu v kvalitě vizualizace zkoumaných procesů přineslo využití fluorescence založené na použití fluorescenčních stopovacích částic. V některých případech se ukázalo velmi vhodné nasazení roztoků obarvených fluorescenčními a kontrastními barvivy.

Výše zmíněné vizualizační techniky byly dále doplněny o výsledky získané přímým pozorováním odebraných vzorků z různých oblastí mezielektrodového prostoru elektronovým mikroskopem.

Experimentální studium se soustředilo zejména na vizualizaci jednotlivých fází elektrostatických procesů a sledování rychlosti pohybu mikroobjektů, tj. kapek a vláknových struktur, v elektrostatickém poli. Současně byly prováděny experimenty umožňující kvantifikovat rozměry těchto objektů. Výsledky těchto experimentů realizovaných s několika pracovními kapalinami poskytly podklady pro zevrubnou analýzu vlivu vlastností pracovních kapalin na průběh elektrostatických procesů.

V závěru práce byl též zkoumán vzájemný vliv sekundárního proudění a elektrostatických procesů. Analýza této problematiky byla založena jak na experimentálním měření sekundárního proudění metodou PIV, tak na teoretickém odhadu sil působících na mikroobjekty, tj. sekundární proudění vs. odhad elektrostatických sil.

Výsledky této analýzy ukázaly, že působení sekundárního proudění je zanedbatelné především v případě použití polárních pracovních kapalin, ale výrazněji se může uplatnit v případě nepolárních pracovních kapalin.

Tyto závěry mohou najít uplatnění při návrhu vhodných technologií v zanášení mikroobjektů do definovaného prostoru.

V závěru lze konstatovat, že problematika elektrostatických procesů zahrnující především elektrostatické rozprašování a zvlákňování je velmi komplexním průnikem mnoha oborů a technických disciplín kladoucí vysoké nároky jak na experimentální techniku a její využití, tak na teoretické zvládnutí dané problematiky.

POUŽITÁ LITERATURA

1. A. Filatov, V. Budyka, V. Kirichenko. Electrospinning of micro and nanofibers: fundamentals and applications in separation and filtration processes. Wallingford: Begell House, 2007.

2. X. Zhu, Q. Gao. Improvement of the electrospinnability of Polyvinyl alcoho via dialysis and complexation pretreatment.

3. H. Park, K. Kim, S. Kim. Effects of a guard plate on the characteristics o f an electrospray in the cone-jet mode. Aerosol science. 2004, Sv. 35, str. 1295 - 1312.

4. S. De Vrieze, C. T. Van Camp. The effect of temperature and humidity on electrospinning.

5. O. Lastow, W. Balachandran. Numerical simulation of electrohydrodynamic (EHD) atomization. Journal of electrostatics. 2006, Sv. 64, str. 850 - 859.

6. F. Yan, B. Farouk, F. Ko. Numerical modeling of an electrostatically driven liquid meniskus in the cone-jet mode. Aerosol science. 2003, Sv. 34, str. 99 - 116.

7. W. J. Moore. Fyzikální chemie. Praha : SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1979.

8. A. M. Gañán-Calvo, J. Dávila and A. Barrero, J. Aero. Sci. 28, 1997, str. 249

9. R. P. A. Hartman, J. P. Borra, D. J. Brunner, J. C. M. Marijnissen, B. Scarlett. The evolution of electrohydrodynamic sprays produced in the cone-jet mode, a physical model. Journal of electrostatics. 1999, Sv. 47, str. 143-170.

10. I. G. Harpur, A. G. Bailey, A. H. Hashish. A design method for the electrostatic atomization of liquid aerosols. Journal Aerosol Sci. 1996, Sv. 27, str. 987 - 996.

11. A. M. GananCalvo, J. Davila, A. Barrero. Current and droplet size in the electrospraying of liquids. Scaling laws. Journal of Aerosol Sci. 1997, Sv. 28, str. 249-275.

12. F. W. Peek. Dielectric Phenomena in High Voltage Engineering. New York, McGraw-Hill, 1929.

13. A. Veverka. Technika vysokých napětí. Praha : SNTL/SVTL, 1966.

14. A. G. Bailey. The science and technology of electrostatic powder spraying, transport and coating. Journal of electrostatics. 1998, Sv. 45, str. 85 - 120.

15. M. Goldman, A. Goldman, R. S. Sigmond: The corona discharge, its properties and specific uses, Pure & Appi. Chem. 1985, Vol. 57, No. 9, str. 1353–1362.

PŘEHLED PUBLIKACÍ

- D. Jašíková, M. Kotek, T. Lenc, V. Kopecký: Experimetal study of full cone spray nozzle by Interferometry particle sizing technique, Recent Researches in Mechanics - Proceeding of the 2nd International Conference on Fluid Mechanics and Heat and Mass Transfer 2011(FLUIDSHEAT'11), WSEAS Corfu 2011, ISBN: 978-1-61804-020-6
- M. Kotek, V. Kopecký, D. Jašíková: Recording and evaluating methods of experimental research of T-junction flow, Recent Researches in Mechanics - Proceeding of the 2nd International Conference on Fluid Mechanics and Heat and Mass Transfer 2011(FLUIDSHEAT'11), WSEAS Corfu 2011, ISBN: 978-1-61804-020-6
- D. Jašíková, M. Kotek, T. Lenc, V. Kopecký: The Study of full cone spray using Interferometric particle imaging method, Experimental Fluid Mechanics 2011, Jičín 22th-25th November 2011, Technical University of Liberec, ISBN: 978-80-7372-784-0
- 4. J. Primas, M. Malik, D. Jašíková, V. Kopecký: Mathematical Description of the Force on a High Voltage Asymmetrical Capacitor, ISMOT 2011, 13th International Symposium on Microwave and Optical Technology, JUNE 20 - 23, PRAGUE, CZECH REPUBLIC, CD Book of Abstracts and Conference Proceedings
- D. Jašíková, M. Kotek, T. Lenc, V. Kopecký: Experimetal study of pneumatic full cone spray nozzle by IPI technique, 10th International workshop on Electronics, Control, Measurement and Signals (ECMS), June 1-3,2011, (CD proceedings) Liberec, ISBN: 978-1-61284-395-7
- D. Jašíková, P. Švarc, V. Dvořák, V. Kopecký: Fluid velocity and LIF temperature measurement in a real model of heat Exchanger, Experimental Fluid Mechanics 2010, Liberec 24th-26th November 2010, Technical University of Liberec, ISBN: 978-80-7372-670-6
- D. Jašíková, M. Kotek, R. Horálek, J. Horčička, V. Kopecký: EHD sprays as a seeding agens for PIV system measurements, ILASS – Europe 2010, 23rd Annual

Conference on Liquid Atomization and Spray Systems, Brno, Czech Republic, September 2010, Tribun EU, ISBN: 978-80-7399-997-1

- D. Jašíková, V. Kopecký: Evaluation of EHDA spray using Particle Tracking Velocimetry, 2nd International Conference Nanocon 2010, October 12 - 14th 2010, 2010 Tanger Ltd. Ostrava, ISBN: 978-80-87294-18-5
- D. Jašíková: Nanotechnologie na Technické univerzitě v Liberci, 24th SYMPOSIUM ON ANEMOMETRY, Holany-Litice June 2010, Institute of Hydrodynamics ASCR, v. v. i. 2010, ISBN: 978-80-87117-07-1
- P. Švarc, J. Unger, V. Dvořák, D. Jašíková: Vizualizace rychlostních polí vznikajících při nabíjení dvourozměrného modelu akumulačního zásobníku, XXIX. Setkání kateder mechaniky tekutin a termomechaniky, Rožnov pod Radhoštěm 2010, ISBN: 978-80-248-2244-0
- J. Primas, M. Malík, D. Jašíková, V. Kopecký: Force on a High Voltage Capacitor with Asymmetrical Electrodes, World academy of science, Engineering and technology issue 70, September 2010, ISSN: 1307-6892
- Jašíková, D., Kopecký V.: A Visualization Technique for Mapping the Velocity of Raising Fibers Production in an Electrostatic Field, International Journal of Electrospun Nanofibers and Applications, 3 (1), 61-70, January - April 2009, ISSN: 0973-628X
- Jašíková D., Nugroho, R., Kopecký V.: Electrosrayed poly(e-caprolactone) microparticles for drug delivery application, STRUTEX 2009
- Kotek, M.,Jašíková, D.,Kopecký V., Šidlof P.: Vyhodnocování nanofiltrů vizualizačními metodami, sborník konference XXIII. Sympozium o anemometrii, Holany, 2009, ISBN: 978-80-87117-06-4
- Jašíková, D.,Kopecký V.: Možnosti vizualizace procesů elektrostatického zvlákňování, 23rd Symposium on Anemometry, Litice - Holany 2009, ISBN: 978-90-97117-06-4
- Jašíková, D., Kopecký V.: The polymer jet in electrostatic field influenced by conductivity, sborník grantu Nestandardní aplikace fyzikálních polí, 2008, Liberec, ISBN: 978-80-7372-464-1
- Jašíková D., Kopecký V.: Effect Setup Device On Electro Sprayed POLY(ETHYLENGLYCOL) Final Particle Size Distribution, Experimental Fluid Mechanics 2009 Liberec

- Jašíková, D., Kotek M., Kopecký V., Šidlof P.: Vyhodnocování nanofiltrů vizualizačními metodami, sborník konference NANOCON 2009, Rožnov pod Radhoštěm, ISBN: 978-80-87294-12-3
- Jašíková, D., Kopecký V.: Particle Sizing Method Applied to the Electrostatically Formed Droplets, Strojárstvo.sk – Mechanical engineering journal, ISSN: 1335-2938
- Kopecký V., Kotek M., Jašíková D., Hlína J., Šonský J.,: Měření částic unášených plasmatem pomocí korelačních metod a metody PIV, sborník 6. Konference PTSE, 2008, Praha, ISBN: 80-86786-27-7
- Kotek M., Jašíková, D., Kopecký V.: Sledování proudu plasmy metodami vizualizace a modifikovaným PIV systémem, sborník grantu Nestandardní aplikace fyzikálních polí, 2008, Liberec, pp. 79-82, ISBN: 978-80-7372-464-1
- Jašíková, D., Kopecký V.: Influence of polymer conductivity on the jet process in electrostatic field - feasibility study using PIV method, 12th International Conference on developments in Machinery Design and Control, Nowogrod 2008, ISBN: 978-83-87982-08-9
- Jašíková, D., Kopecký V.: The polymer jet in electrostatic field influenced by conductivity, 15th International Conference Structure and Structural Mechanics of Textiles, December 2008, TU Liberec, Czech Republic, STRUTEX 2008, ISBN: 978-80-7372-418-4
- Kopecký V., Kotek M., Pírková L., Jašíková D., Trávníček Z., Hlína J.: Experimentální studium časového vývoje pulzačních proudění klasickým PIV, sborník konference 21th Symposium on anemometry, Holany, str. 81 88, 2007, ISBN: 978-80-87117-01-9
- Jašíková, D., Kopecký V.: Feasibility study of PIV method application on electrospraying, ECMS 2007, Doctoral School - 8th International workshop on Electronics, Control - Modelling, Measurement and Signals 2007, May 21-23, 2007 Liberec, Czech Republic, ISBN: 978-80-7372-218-0