

# PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **27.06.2011**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **22.08.2012**  
(Věstník č. 34/2012)

(21) Číslo dokumentu:

**2011-376**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

**D01D 5/00** (2006.01)

**D01D 5/11** (2006.01)

**B82B 3/00** (2006.01)

(71) Přihlašovatel:

Contipro Biotech s.r.o., Dolní Dobrouč, CZ

(72) Původce:

Pokorný Marek Ing. Ph.D., Jablonné nad Orlicí, CZ

Martincová Lada Ing., Kostelec nad Orlicí, CZ

Velebný Vladimír RNDr. CSc., Žamberk, CZ

(74) Zástupce:

KANIA, SEDLÁK, SMOLA Patentová a známková  
kancelář, Ing. František Kania, Mendlovo nám. 1a, Brno,  
60300

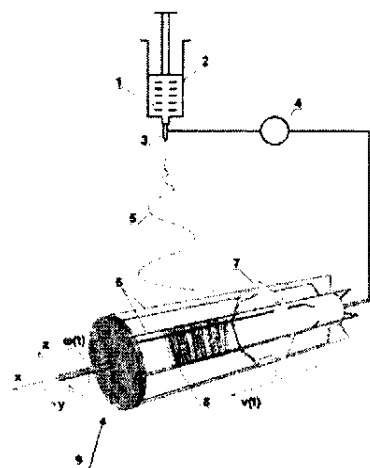
(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob výroby materiálů s anizotropními  
vlastnostmi složených z nanovláken nebo  
mikrovláken a zařízení pro provádění tohoto  
způsobu**

(57) Anotace:

Při způsobu výroby dvojrozměrných nebo trojrozměrných vláknenných materiálů z vláken (5) o tloušťce v rozsahu od mikrovláken do nanovláken se nejprve z roztoku (1) průběžně vytahuje vlákno (5), které se pomocí elektrostatického pole přitáhne k otočné soustavě n elektrod (6). Jednotlivé elektrody (6) soustavy jsou uspořádány v pravidelných vzájemných rozestupech a ve stejné vzdálenosti od osy otáčení soustavy elektrod (6) a rovnoběžné s ní. Na otáčející se soustavu elektrod (6) se navíjí vlákno (5). Po vytvoření vrstvy (8) vláken (5) se odpojí elektrostatické pole a zastaví otáčení soustavy elektrod (6) a vrstva (8) vláken (5) vytvořená v poli mezi dvěma sousedními elektrodami (6) se sejme. V následujícím kroku se otočná soustava elektrod (6) pootočí o úhel  $360/n$  a sejme se vrstva (8) vláken (5) vytvořená mezi dvěma sousedními elektrodami (6) v poli, sousedícím s polem, z něhož byla sejmuta vrstva (8) v předšlém kroku. Tento krok se opakuje celkem n-krát. Zařízení obsahuje alespoň jednu zvláknovací trysku (3), připojenou k prvnímu potenciálu, proti ní otočně uloženou soustavu elektrod (6) a sběrač (7) pro sběr vláken (5) usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod (6). Sběrač (7) je vůči elektrodám (6) uložen pohyblivě ve směru podélných os elektrod (6) pro sběr vláken (5) usazených mezi jednotlivými dvojicemi sousedících elektrod (6) a je vůči elektrodám (6) uložen pohyblivě ve směru kolmém na podélné osy elektrod (6) pro zasunutí do záběru při sběru vláken (5) usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod (6) a pro

vysunutí ze záběru po ukončení sběru vláken (5) usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod (6).



## **Způsob výroby materiálů s anizotropními vlastnostmi složených z nanovláken nebo mikrovláken a zařízení pro provádění tohoto způsobu**

### **Oblast techniky**

Vynález se týká způsobu výroby dvojrozměrných nebo trojrozměrných vláknenných materiálů z mikrovláken nebo nanovláken, u něhož se nejprve z roztoku průběžně vytahuje nanovláknem nebo mikrovláknem, které se pomocí elektrostatického pole přitáhne k otočné soustavě n elektrod. Jednotlivé elektrody jsou přitom uspořádány v pravidelných vzájemných rozestupech a ve stejné vzdálenosti od osy otáčení soustavy elektrod a rovnoběžně s ní. Tato soustava elektrod se otáčí a tím se na ni navíjí nanovláknem nebo mikrovláknem. Po navinutí nanovláknem nebo mikrovláknem se odpojí elektrostatické pole a zastaví otáčení soustavy elektrod a vrstva mikrovláken nebo nanovláken vytvořená v poli mezi dvěma sousedními elektrodami se sejme. Vynález se rovněž týká zařízení pro výrobu dvojrozměrných nebo trojrozměrných vláknenných materiálů z mikrovláken nebo nanovláken. Toto zařízení obsahuje alespoň jednu zvlákňovací trysku, připojenou k prvnímu potenciálu a proti ní soustavu elektrod, uspořádaných v konstantním vzájemném odstupu a připojených ke druhému potenciálu. Dále obsahuje sběrač pro sběr mikrovláken nebo nanovláken usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod.

### **Dosavadní stav techniky**

Výroba nano- nebo mikro- vláken se provádí metodou elektrostatického zvlákňování. V odborné literatuře je metoda uváděna pod názvem „Electrospinning“. U této metody dochází k formování taveniny nebo roztoku polymerů do vláknenných útvarů vlivem účinků vysokého elektrostatického pole.

Síly tohoto pole nejprve způsobí vytrysknutí pramínků z kapky polymerního roztoku nebo taveniny a pak aktivují i jeho pohyb k protilehlé elektrodě. Během pohybu dochází k tenčení, dloužení a tunutí polymeru, který ve formě tuhých vláken dopadá na protilehlou elektrodu, tzv. kolektor. Celý tento pohyb vlákna mezi oběma elektrodami je velice komplikovaný a je veden po zcela náhodné trajektorii. Doslova chaotický pohyb letícího vlákna způsobí jeho náhodné ukládání na protilehlou elektrodu, kde se vytváří netkaný vláknenný materiál s vlákny o průměru od deseti nanometrů až po desítky mikrometrů. Tento způsob výroby je známý z patentu US2048651.

Nanovláknenné nebo mikrovláknenné materiály s velice jemnou vnitřní strukturou nacházejí četná uplatnění v mnoha oblastech moderní medicíny, ale také mikroelektroniky, optiky a energetiky. Mezi základní přednosti těchto materiálů patří jejich obrovský povrch vytvořený v poměrně velmi malém objemu; a také mají tyto materiály velmi malou velikost mezivláknenných prostorů (pórů). Materiál s jemnou vnitřní nanostrukturou nebo mikrostrukturou získává zcela nové vlastnosti, které se mohou výrazně lišit od vlastností objemového vzorku stejného materiálu. Navíc kontrolovanou výrobou lze tyto jedinečné vlastnosti řídit a přizpůsobovat je požadavkům konkrétních aplikací. Budoucí aplikace počítají s využitím takových materiálů v různých oborech moderní medicíny, protože v živých tkáních takový materiál zajišťuje pro buňky velice příznivé a přirozené podmínky pro jejich růst, pohyb a reprodukci. Bohužel využitelnost takového materiálu je značně omezena právě kvůli své vnitřní neuspořádané struktuře. Aplikace tkáňového inženýrství specifikují své požadavky na pravidelné 3D struktury, které jsou dále využívány jako náhrady chrupavek, kostí, nervových, cévních a kardiovaskulárních transplantátů, apod. Právě vnitřní uspořádanost materiálu výrazně podporuje směrový růst a pohyb buněk, tkání a též podporuje regeneraci dlouhých nervových poruch. Uspořádaná struktura zajišťuje potřebnou flexibilitu materiálu při jeho

namáhání v aplikacích, jako jsou náhrady svalových a pojivových tkání. Mechanické vlastnosti materiálu lze velmi dobře kontrolovat právě výběrem osové uspořádanosti vnitřní struktury. Potřeba nových materiálů s precizní vnitřní morfologií je vyžadována četnými aplikacemi, a to nejen v oblasti moderní medicíny. Pravidelná struktura je zcela zásadní také například pro miniaturní elektronické anebo optické spoje, které mohou zajistit nanovláknna nebo mikrovláknna vyrobená postupem uvedeným v tomto vynálezu.

Současné způsoby a výrobní metody depozice orientovaných nanovláken nebo mikrovláken jsou řešeny pomocí rotujícího kolektoru, který je poháněn na vysokých otáčkách. Povrch takového kolektoru, nejčastěji ve tvaru válce nebo tenké tyče, jak je popsán v US4552707 nebo US20020084178, zachytává letící vlákno a mechanicky ho unáší ve směru vlastního pohybu, vlákno je prakticky namotáváno na rotující válec. Nanovláknna nebo mikrovláknna jsou nanášena přímo na povrch válce, nebo se formují v mezeře mezi dvěma otáčivými tyčemi, které jsou umístěny v jedné ose rotace, viz US20070269481. Povrch takového kolektoru tvoří jednu z elektrod, proto musí být vyroben z vodivého materiálu. Pokud není kolektor přímo spojen s jedním z pólů vysokonapětového zdroje, viz US20090108503, US4689186, nebo je jeho povrch překryt nevodivým substrátem, dochází k významným ztrátám účinnosti výrobního procesu, neboť se prakticky vkládá izolující materiál mezi dvě hlavní elektrody a tím dochází k degradaci a také narušení homogenity elektrického pole. Snížená efektivita se projevuje při delší depozici vláken, neboť silnější nanesená vrstva působí také jako nežádoucí izolant a tím jsou další vlákna odpuzována jiným směrem od kolektoru. V oblasti již nanesených vláken dochází k akumulaci náboje, který má stejnou polaritu jako náboj nesený vláknem před dopadem na kolektor. Mezi těmito náboji stejné polarity působí odpuzivé síly, které negativně ovlivňují uspořádání nově nanesených vláken. Negativní účinky tohoto náboje se zvyšují při nanášení silnějších vláknenných vrstev tím, že vlákna ve vrchních vrstvách

jsou ukládána již náhodně a nerespektují osovou uspořádanost, tak jako je tomu u vláken nanesených v nižších vrstvách. Dále má vzniklá vlákenná vrstva částečně omezený stupeň uspořádání způsobený tím, že letící vlákno je zachytáváno také pod jiným úhlem než právě kolmým k povrchu rotujícího válce. Principiálně uvedené metody fungují dobře, nicméně výsledky, s cílem dosažení precizní orientace vnitřní struktury vlákenných materiálů, jsou obecně neuspokojivé, neboť ve vytvářených materiálech se stále vyskytuje značné procento vláken, která nerespektují žádný z preferovaných směrů.

Zcela zásadním problémem, který není součástí žádných ze současných technických řešení, je následná manipulace s vlákenným materiálem a jeho kontrolované odebrání z povrchu kolektoru. Vlákenná vrstva je nanesena na kolektor a pro její následné využití musí být přemístěna většinou na zcela jinou podložku, nebo do jiné nádoby, apod. Tak příklady provedení, uvedené v patentové přihlášce US20080208358A1, skládají ručně jednotlivě vyříznuté proužky vlákenného materiálu do silnějších 3D struktur. Taková vrstva je velice jemná a manipulace s nanovlákněným nebo mikrovlákněným materiálem je komplikovaná, protože velmi snadno dochází k nevratným poškozením vrstvy již při odebírání z použitého kolektoru. Zejména u biopolymerních vláken s velmi malou mechanickou odolností je jakákoliv manipulace s materiálem o větší ploše téměř nemožná. V současné době není vyřešen žádný mechanismus, který by zajistil vhodnou mechanickou manipulaci a přemístění nano vlákenné nebo mikrovlákně vrstvy na jiný, tj. libovolný, podklad při zachování, nebo dokonce zvýšení, stupně orientace vláken ve vrstvě.

Patentová přihláška WO2006136817A1 popisuje využití rotujícího kolektoru s podélně uspořádanými elektrodami kolem osy rotace. Geometrické rozměry kolektoru nejsou uvedeny. Autoři neuvádějí žádný postup, jak taková vlákna z kolektoru šetrně sejmut. Není vyřešen sběrný mechanismus pro vlákna ukládaná na rotující kolektor. Uvedený postup neřeší všechny fáze

výrobního procesu, resp. postup je ukončen depozicí vláken. Proto není možné výrobu dokončit bez zásahu obsluhy a ruční manipulace, která vede k výraznému snížení kvality a vnitřní struktury materiálu.

Publikace autorů Katta a kol. (Katta, P., M. Alessandro, et al. , NanoLetters, 4(11): 2215-2218, 2004) využívá rotujícího válce složeného z podélných vodivých elektrod jako kolektoru pro tvorbu orientovaných vláken. V publikaci je popsán kolektor s přibližně čtyřiceti vodivými elektrodami, vzájemně vzdálenými o 10 mm, tvořícími rotující kolektor o průměru přibližně 120 mm. Je zde ukázána ztráta jednoosého uspořádání vláken při delší časové depozici. Optimalizace a popis důležitých parametrů pro provozní využití tohoto typu kolektoru zde není provedeno. Autoři také nezmiňují další kroky pro zpracování vlákenné vrstvy nanesené na tento typ kolektoru.

### **Podstata vynálezu**

Uvedené nedostatky dosavadního stavu techniky do značné míry eliminuje způsob výroby dvojrozměrných nebo trojrozměrných vlákenných materiálů z vláken o průměru mikrovláken nebo nanovláken, podle vynálezu, u něhož se nejdříve z roztoku průběžně vytahuje nanovláknem nebo mikrovláknem, které se pomocí elektrostatického pole přitáhne k otočné soustavě n elektrod, kde n je přirozené číslo od 1 do 200, jejíž jednotlivé elektrody jsou uspořádány v pravidelných vzájemných rozestupech a ve stejné vzdálenosti od osy otáčení soustavy elektrod a rovnoběžně s ní. Otáčením soustavy elektrod se na ni navíjí nanovláknem nebo mikrovláknem. Po vytvoření tenké vrstvy nanovláken nebo mikrovláken se odpojí elektrostatické pole a zastaví otáčení soustavy elektrod a vrstva mikrovláken nebo nanovláken vytvořená v poli mezi dvěma sousedními elektrodami se sejme. Poté se otočná soustava elektrod pootočí o úhel  $360/n$  a sejme se vrstva mikrovláken nebo nanovláken vytvořená mezi dvěma

sousedními elektrodami v poli, sousedícím s polem, z něhož byla sejmuta vrstva v předešlém kroku. Tento krok se pak opakuje celkem  $n$ -krát, až jsou sejmuty vrstvy mikrovláken nebo nanovláken ze všech polí mezi sousedními elektrodami.

Ve výhodném provedení způsobu podle vynálezu se před snímáním vrstvy mikrovláken nebo nanovláken z nového pole mezi elektrodami pootočí sběrač pro dosažení směru mikrovláken nebo nanovláken ve snímané vrstvě, který je odlišný od směru mikrovláken nebo nanovláken předchozí vrstvy.

V dalším výhodném provedení způsobu podle vynálezu se na sobě uložené vrstvy mikrovláken nebo nanovláken stlačí k sobě, přičemž se stlačením vrstev mikrovláken nebo nanovláken může zároveň vytvořit požadovaný prostorový tvar konečného výrobku. Takto vytvořený předmět je dále možno zalít dalším médiem pro vytvoření kompozitního materiálu požadovaných vlastností.

Uvedené nedostatky dosavadního stavu techniky do značné míry eliminuje i zařízení pro výrobu dvojrozměrných nebo trojrozměrných vlákenných - materiálů z mikrovláken nebo nanovláken, obsahující alespoň jednu zvlákňovací trysku, připojenou k prvnímu potenciálu, a proti ní soustavu  $n$  elektrod, uspořádaných v konstantním vzájemném odstupu a připojených ke druhému potenciálu, a rovněž sběrač pro sběr mikrovláken nebo nanovláken usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod. U tohoto zařízení je soustava elektrod uložena otočně a jednotlivé elektrody soustavy elektrod jsou uspořádány v pravidelných vzájemných rozestupech a ve stejné vzdálenosti od osy otáčení soustavy elektrod a rovnoběžně s ní. Toto zařízení dále obsahuje sběrač, který je vůči elektrodám uložen pohyblivě ve směru podélných os elektrod pro sběr mikrovláken nebo nanovláken usazených mezi jednotlivými dvojicemi sousedících elektrod. Kromě toho je tento sběrač vůči elektrodám uložen

pohyblivě ve směru kolmém na podélné osy elektrod pro zasunutí do záběru při sběru mikrovláken nebo nanovláken usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod a pro vysunutí ze záběru po ukončení sběru mikrovláken nebo nanovláken usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod.

Ve výhodném provedení zařízení podle vynálezu má sběrač rovnoběžníkový tvar, přičemž vzdálenost dvou jeho protilehlých stran rovnoběžných s osou otáčení soustavy elektrod je menší než je vzdálenost nejbližších povrchů dvou sousedících elektrod.

V dalším výhodném provedení zařízení podle vynálezu je sběrač uložen otočně okolo kolmice na střed sběrače pro pootočení sběrače pro uložení další vrstvy mikrovláken nebo nanovláken usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod se směrem mikrovláken nebo nanovláken odlišným od směru mikrovláken nebo nanovláken předchozí vrstvy.

V jiném výhodném provedení zařízení podle vynálezu má sběrač čtvercový tvar o straně menší než vzdálenost nejbližších povrchů dvou sousedících elektrod a je uložen otočně okolo kolmice na střed sběrače pro pootočení sběrače o  $90^\circ$  pro uložení další vrstvy mikrovláken nebo nanovláken usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod se směrem mikrovláken nebo nanovláken kolmým na směr mikrovláken nebo nanovláken předchozí vrstvy.

V ještě dalším výhodném provedení zařízení podle vynálezu je sběrač vytvořen ve tvaru misky pro uložení sebraných vrstev nanovláken nebo mikrovláken, přičemž zařízení je dále opatřeno pístem pro stlačení vláken do sběrače a pro kompresi jednotlivých vrstev sebraných vrstev nanovláken nebo mikrovláken pro mechanické zpevnění uspořádané 3D struktury. V takovém případě je rovněž výhodné, je-li sběrač uložen otočně okolo kolmice na střed sběrače pro pootočení sběrače pro uložení další vrstvy mikrovláken nebo



nanovláken usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod se směrem mikrovláken nebo nanovláken odlišným od směru mikrovláken nebo nanovláken předchozí vrstvy.

### **Přehled obrázků na výkresech**

Podstata vynálezu je podrobněji upřesněna pomocí výkresů. Na obr. 1 je znázorněn diagram, který shrnuje jednotlivé fáze výrobního procesu, tak jak je navrhuje řešení tohoto vynálezu. Příkladné provedení zařízení pro výrobu vláknenných materiálů s anizotropními vlastnostmi je zobrazeno na obr. 2, boční řez podélných elektrod rotujícího kolektoru se stěračem je uveden na obr. 3, další příkladné provedení na obr. 4a a 4b uvádí příčný řez čtyř a pěti podélných elektrod rotujícího kolektoru, přičemž je znázorněn princip tvorby paralelně uspořádaných vláken, obdobně na obr. 5a a 5b je uveden princip výroby kolmých vláken ve dvou krocích při příkladném použití čtyř a pěti podélných elektrod rotujícího kolektoru, na obr. 6 a 7 jsou snímky z elektronového mikroskopu rovnoběžných a kolmo uspořádaných vláken.

### **Příklady provedení vynálezu**

Cílem tohoto vynálezu je dosažení výroby nanovláknenných nebo mikrovláknenných materiálů s vysokým stupněm plošného (2D) a objemového (3D) vnitřního uspořádání, které lze řídit změnou procesních parametrů a tak kontrolovat morfologické i anizotropní vlastnosti výsledných materiálů. Dále pak řešení vhodné mechanické manipulace a přemístění nového materiálu na libovolný podkladový nebo též obalový materiál, přičemž se zachová, nebo dokonce zvýší, stupeň uspořádání vnitřní struktury materiálu. Pohyblivý sběrač 7 je ve výhodném řešení tohoto vynálezu řešen jako vhodná nádobka, která

umožňuje snadné další úpravy vlákenného materiálu (např. při výrobě kompozitních materiálů).

Podstatou tohoto vynálezu je komplexní procesní výroba nových materiálů, která je rozdělena na jednotlivé fáze procesu, jejichž příkladný sled je znázorněn na obr. 1. V prvním kroku se připraví vlákní směs, pak se nadávkuje do zvlákňovací trysky 3 roztok 1 nebo tavenina, načež se přiloží vysoké elektrické napětí a jeho působením vznikne vlákno 5 o průměru v rozsahu od mikrovláken do nanovláken, které se v elektrostatickém poli pohybuje směrem ke kolektoru 9. Na rotujícím kolektoru 9 se vlákna 5 ukládají v jednom preferovaném směru. Po vytvoření vrstvy 8 vláken 5 na kolektoru se provede sběr usazených vláken 5 a vrstvy 8 těchto vláken 5 se postupně ukládají na sebe se zachováním stupně uspořádanosti. Pak dojde ke kompresi vlákenných vrstev 8, čímž vzniká buď finální výrobek, který je možno zabalit do obalového materiálu, nebo polotovár, určený k dalšímu zpracování jako je aplikace vhodného media tak, aby výsledný produkt byl kompozitním materiálem a získal tak požadované vlastnosti. Finální výrobek je možno zabalit do obalového materiálu ve tvaru misky usnadňující manipulaci a vhodného také pro následné úpravy vlákenných vrstev 8, jako je zalití vrstvy 8 vláken 5 jiným médiem za účelem vzniku kompozitního materiálu, čímž vzniká finální produkt. Závěrečnou fází je odebrání a transport produktu. Všechny tyto fáze jsou s výhodou realizovány automaticky v depoziční komůrce bez zásahu obsluhy a bez ovlivnění vnějším prostředím, což umožňuje zabezpečit sterilitu procesu a vysokou kvalitu výsledných produktů. Fáze postupu výroby jsou uvedeny v diagramu na obr. 1, kde jsou také naznačeny opakující se fáze postupu. Postup se opakuje od začátku tehdy, není-li v okamžiku vyčerpání zásoby roztoku 1 ve fázích "depozice vláken" nebo "vrstvené ukládání" sběračem 7 sebrána dostatečná vrstva 8 vláken 5.

Na obr. 2 je znázorněno příkladné provedení zařízení pro výrobu dvojrozměrných nebo trojrozměrných vlákenných materiálů složených

z nanovláken nebo mikrovláken, dále jen vláken 5. Toto zařízení obsahuje tryskový emitor 2, naplněný roztokem 1 polymeru a opatřený zvlákňovací tryskou 3. Třebaže na obr. 2 je pro jednoduchost znázorněn pouze jeden tryskový emitor 2, je zřejmé, že takových tryskových emitorů 2 bude ve skutečném zařízení více. Zvlákňovací tryska 3 je připojena k prvnímu potenciálu, tedy k jednomu pólu zdroje 4 stejnosměrného elektrického napětí. Druhý pól zdroje 4 stejnosměrného elektrického napětí je připojen ke kolektoru 9, uspořádanému proti zvlákňovací trysce 3. Kolektor 9 se skládá z podélně uspořádaných elektrod 6 v konstantním vzájemném odstupu a stejnou vzdáleností od osy x rotace kolektoru 9. Sběrač 7 je uložený vůči elektrodám 6 pohyblivě v podélném směru s osou rotace x kolektoru 9 pro sběr vrstvy 8 vláken 5 usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod 6.

Na obr. 3 je schematicky znázorněn boční pohled na sběrný mechanismus s rovinným sběračem 7. Na vodivé tyče elektrod 6 kolektoru 9 jsou elektrostatickým zvlákňováním nanесena vlákna 5, která jsou poté ukládána na povrch sběrače 7 při zachování jejich uspořádání. V tomto příkladném provedení je sběrač 7 rovinný a je nakloněný vzhledem k tyčím elektrod 6 kolektoru 9 o úhel  $\alpha$ , přičemž koná translační pohyb ve směru svírajícím s osou x kolektoru úhel  $\beta$ .

Na obr. 4a je schematicky znázorněn příčný průřez kolektorem 9 se čtyřmi elektrodami 6 a se sběračem 7. Na vodivé tyče elektrod 6 kolektoru 9 jsou elektrostatickým zvlákňováním nanесena vlákna 5, která jsou poté ukládána na povrch sběrače 7 při zachování jejich uspořádání. Kolektor 9 je opatřen čtyřmi elektrodami 6. Čtvercový sběrač 7 sejmul vrstvu 8 vláken 5 z pole mezi dvěma horními elektrodami. Vedle něj je znázorněna další fáze, v níž je kolektor 9 pootočen o  $90^\circ$  a sběrač 7 sejmul další vrstvu 8 vláken 5. Na sběrači 7 jsou tak dvě vrstvy 8 vláken 5 se stejnou orientací.

Na obr. 4b je schematicky znázorněn příčný průřez kolektorem 9 s pěti elektrodami a se sběračem 7. Na vodivé tyče elektrod 6 kolektoru 9 jsou elektrostatickým zvlákňováním nanесena vlákna 5, která jsou poté ukládána na povrch sběrače 7 při zachování jejich uspořádání. Kolektor 9 je zde opatřen pěti elektrodami 6. Čtvercový sběrač 7 sejmul vrstvu 8 vláken 5 z pole mezi dvěma horními elektrodami. Vedle něj je znázorněna další fáze, v níž je kolektor 9 pootočen o  $360/5$ , tedy o  $72^\circ$  a sběrač 7 sejmul další vrstvu 8 vláken 5. Na sběrači 7 jsou tak dvě vrstvy 8 vláken 5 se stejnou orientací.

Na obr. 5a je schematicky znázorněn příčný průřez kolektorem 9 se čtyřmi elektrodami 6 a se sběračem 7. Na vodivé tyče elektrod 6 kolektoru 9 jsou elektrostatickým zvlákňováním nanесena vlákna 5, která jsou poté ukládána na povrch sběrače 7 při zachování jejich uspořádání. Kolektor 9 je opatřen čtyřmi elektrodami 6. Čtvercový sběrač 7 sejmul vrstvu 8 vláken 5 z pole mezi dvěma horními elektrodami. Vedle něj je znázorněna další fáze, v níž je jak kolektor 9 tak i sběrač 7 pootočen o  $90^\circ$  a sběrač 7 sejmul další vrstvu 8 vláken 5. Na sběrači 7 jsou tak dvě vrstvy 8 vláken 5, přičemž orientace vláken 5 první vrstvy 8 je kolmá na orientaci vláken 5 druhé vrstvy 8.

Na obr. 5b je schematicky znázorněn příčný průřez kolektorem 9 s pěti elektrodami a se sběračem 7. Na vodivé tyče elektrod 6 kolektoru 9 jsou elektrostatickým zvlákňováním nanесena vlákna 5, která jsou poté ukládána na povrch sběrače 7 při zachování jejich uspořádání. Kolektor 9 je zde opatřen pěti elektrodami 6. Čtvercový sběrač 7 sejmul vrstvu 8 vláken 5 z pole mezi dvěma horními elektrodami. Vedle něj je znázorněna další fáze, v níž se kolektor 9 pootočí o  $360/5$ , tedy o  $72^\circ$  a sběrač 7 se pootočí o  $90^\circ$  a sejme další vrstvu 8 vláken 5. Na sběrači 7 jsou tak dvě vrstvy 8 vláken 5, přičemž orientace vláken 5 první vrstvy 8 je kolmá na orientaci vláken 5 druhé vrstvy 8.

Na obr. 6 je snímek z elektronového mikroskopu při zvětšení 5 000x, na němž je zobrazeno několik vrstev 8 vláken 5, kde vrstvy 8 byly na sebe kladeny se stejnou orientací vláken 5.

Na obr. 7 je snímek z elektronového mikroskopu při zvětšení 1 000x, na němž je zobrazeno několik vrstev 8 vláken 5, kde vrstvy 8 byly na sebe kladeny tak, že orientace vláken 5 jedné vrstvy 8 je kolmá k orientaci vláken 5 z vrstvy 8 předcházející.

V činnosti zařízení pro výrobu dvojrozměrných nebo trojrozměrných vláknenných materiálů se připravená vlákní směs nadávkuje do tryskového emitoru 2, načež se přiloží vysoké elektrické napětí a jeho působením začne ze zvlákňovací trysky 3 unikat roztok nebo tavenina, které vytvářejí vlákno 5 o průměru v rozsahu od mikrovláken do nanovláken. Toto vlákno 5 se v elektrostatickém poli pohybuje směrem ke kolektoru 9. Na rotujícím kolektoru 9 se vlákna 5 ukládají v jednom preferovaném směru. Po vytvoření vrstvy 8 vláken 5 na kolektoru 9 se vysoké elektrické napětí odpojí a ze zvlákňovací trysky 3 přestane unikat vlákno 5. Nato se sběračem 7 provede sběr usazených vláken 5 a vrstvy 8 těchto vláken 5 se postupně ukládají na sebe se zachováním stupně uspořádanosti. Podle požadavků na výsledný materiál se vrstvy 8 vláken 5 na sebe ukládají tak, aby orientace vláken 5 byla ve všech vrstvách 8 stejná, nebo je možné orientaci vláken 5 ve vrstvě 8 s každou novou vrstvou pootočit, zpravidla o 90°. Po navrstvení dostatečného počtu vrstev 8 na sebe je možno provést kompresi vláknenných vrstev 8, čímž vzniká buď finální výrobek, který je možno zabalit do obalového materiálu, nebo polotovár, určený k dalšímu zpracování jako je aplikace vhodného media tak, aby výsledný produkt byl kompozitním materiálem a získal tak požadované vlastnosti.

Výhodou tohoto provedení je to, že vlákna 5 ukládaná na povrchu sběrače 7 mají vyšší stupeň uspořádanosti než vlákna 5 usazená na povrchu rotujícího

válce, protože k jejich dalšímu rovnání do jednoho směru dochází právě při pohybu tohoto sběrače 7. Stupeň uspořádání vnitřní vlákenné struktury materiálu je tedy vyšší než toho materiálu, který byl vytvořen na povrchu rotujícího válce.

Další výhodou tohoto provedení oproti statickému dělenému kolektoru s rovinnými elektrodami je až několikanásobná délka uspořádaných nanovláken, což umožňuje vyrábět materiály s větší plochou nebo objemem s velmi kvalitní vnitřní uspořádanou strukturou. Při velmi nízkých otáčkách kolektoru 9 se na orientaci vláken 5 podílí především elektrostatické síly, které působí příčně mezi jednotlivými elektrodami 6 kolektoru 9. Naopak při vysokých otáčkách se k těmto silám, přispívajících k uspořádanému ukládání vláken 5 na kolektor 9, přidají ještě síly mechanické, které zachycují letící vlákno 5 a přitahují ho k elektrodám 6 kolektoru 9, a to právě v jednom směru, tj. kolmém k těmto elektrodám 6. Tímto způsobem se prakticky sčítají obě významné složky sil, elektrostatické i mechanické, a násobí se tak výsledný stupeň jednoosého uspořádání vláken 5. Tento princip potvrzují dlouhodobé experimentální a teoreticky podložené výsledky, které ukazují vznik velmi kvalitně orientovaných vláken 5 o průměru v rozsahu od mikrovláken do nanovláken s několikanásobně větší délkou při použití děleného rotujícího kolektoru 9, než je tomu u statického děleného kolektoru obdobných geometrických parametrů. Otáčky kolektoru 9, popsaného v této přihlášce vynálezu, jsou pro dosažení kvalitní orientace vláken 5 nastaveny na hodnotu o několik desítek procent nižší, než je minimální hodnota otáček válce s celým vodivým povrchem, a to právě díky příspěvku elektrostatických sil. Snížení rychlosti otáčení vede k ustálenějšímu proudění vzduchu, které vzniká kolem rychle rotujících kolektorů 9, a které strhává letící vlákna 5 neřízeným směrem.

Ještě další výhodou je možnost implementace všech fází výrobního cyklu do jediného uzavřeného přístroje, a to do depoziční komory, kde se zajistí

automatická výroba bez zásahu obsluhy a bez ovlivnění vnějším prostředím, což umožňuje zabezpečit sterilitu procesu a vysokou kvalitu výsledných produktů.

Ve výhodném příkladném provedení tohoto zařízení obsahuje rotující kolektor 9 se soustavou elektrod 6 připojených k druhému potenciálu alespoň tři podélné elektrody 6, obecně  $N$  elektrod 6, a sběrač 7, který se postupně pohybuje vždy mezi dvojicemi sousedících elektrod 6, a to tak, že směr pohybu sběrače 7 je určen složením pohybu ve směru podélném k společné ose  $x$  rotace elektrod 6 kolektoru 9 a pohybu směřujícím k této ose  $x$  určeným úhlem  $\beta$ . Úhel sklonu sběrače je vymezen úhlem  $\alpha$ . V rovině příčné na soustavu podélných elektrod 6 je určen úhel  $\gamma$ , který vymezuje vzájemné pootočení sběrače a kolektoru 9. K dalšímu sběru vláken 5 dochází po pootočení elektrod 6 kolektoru vzhledem k stěračci o úhel  $\gamma = 360/N$ .

Jiné příkladné provedení tohoto zařízení obsahuje rotující kolektor 9 s elektrodami 6 připojenými k druhému potenciálu alespoň tři podélné elektrody 6, obecně  $N$  elektrod, a sběrač 7, který se postupně pohybuje vždy mezi dvojicemi sousedících elektrod 6, a to tak, že k dalšímu sběru vláken dochází po pootočení elektrod 6 kolektoru 9 vzhledem k sběračci 7 o úhel  $\gamma = 90 + 360/N$ . Mezi jednotlivými sběry vrstev 8 vláken 5 však v tomto případě dojde i k pootočení sběrače 7 okolo jeho osy kolmé na plochu sběrače 7, který je u takového provedení čtvercový, o úhel  $90^\circ$ . Tímto způsobem se vlákna ukládají v jednotlivých vrstvách, které jsou složeny z navzájem kolmých vláken.

Ještě jiné příkladné provedení tohoto zařízení obsahuje rotující kolektor 9 se čtyřmi podélnými elektrodami 6 a sběrač 7 pohybující se ve směru podélném kolem elektrod 6. Tento sběrač 7 je opatřen čtyřmi sklopnými deskami zachycujícími na svůj povrch vlákna 5 usazená mezi dvěma sousedními elektrodami 6, přičemž při složení těchto sklopných desek dojde k uložení vlákných vrstev, jejichž vlákna 5 budou navzájem kolmá.

Výhodou rotujícího kolektoru 9 s podélnými elektrodami 6 je také velmi efektivní sušení či tuhnutí vláken 5 a účinná evaporace rozpouštědla, které se navíc neshromažďuje v okolí kolektoru 9. Toto má také zásadní vliv na průměr vláken 5 tvořících se právě mezi elektrodami 6 kolektoru 9, který může být nastavením parametrů procesu redukován.

V dalším výhodném provedení tohoto zařízení je rotující kolektor 9 tvořen více než třemi vodivými elektrodami 6, které jsou v navzájem konstantním odstupu a ve stejné vzdálenosti od společné osy x rotace. Sběrač 7 ve tvaru disku a opatřený příslušnými zářezy, které umožňují nasunutí do podélných elektrod 6 tak, aby byl umožněn jeho pohyb podél osy rotace a v těsné blízkosti těchto elektrod 6. Při takovém pohybu dochází k samovolnému ukládání vláken 5 nanesených uspořádaně mezi sousedícími elektrodami 6 přímo na povrch sběrače 7, kde se vytvářejí proužky nového materiálu složených z jednoose uspořádaných vláken 5 s vysokým stupněm orientace.

Další výhodné provedení obsahuje válcový kolektor 9 složený alespoň ze dvou podélných elektrod 6, obecně z celkového počtu  $N$  elektrod, jejichž příčná oblouková délka je v rozmezí od 0.1 mm do  $(\pi \cdot d / N)$  mm, kde  $d$  je dvojnásobek vzdálenosti elektrod 6 od společné osy x rotace. V prvním mezním případě jsou jako elektrody 6 použity velmi tenké vodivé dráty, v druhém limitním případě elektrody 6 tvoří celistvý vodivý povrch válce. V prvním limitním případě jsou vlákna 5 zachytávána na velmi tenké elektrody 6, výsledný materiál je složen výhradně z velmi dobře uspořádaných vláken 5 o průměru v rozsahu od mikrovláken do nanovláken. V druhém limitním případě se vlákna 5 stírají stejným způsobem popsaným výše, přičemž při jejich ukládání vzniká příze či filament, která je složená z více vláken 5 o celkové délce  $\pi \cdot d$ .

Konečně v ještě dalším výhodném provedení tohoto zařízení je sběrač 7 ve tvaru misky pro uložení sebraných vrstev 8 vláken 5. Jednoduchým pístovým pohybem jsou vlákna 5 stlačena do sběrné misky, kde dochází ke kompresi



jednotlivých vrstev **8** a tím způsobem i k mechanickému zpevnění uspořádané 3D struktury. Miska slouží k dalším úpravám produktu, tj. například při zalití nádoby s vlákny **5** dalším roztokem, obecně jiným médiem, je vyroben kompozitní materiál požadovaných vlastností.

Dále budou popsány konkrétní příkladná provedení zařízení podle tohoto vynálezu

### **Příklad 1. Vlákenná vrstva složená z rovnoběžných vláken.**

Vlákna z 16% vodného roztoku **1** polyvinyl alkoholu (PVA) byla z tryskového emitoru **2** vytlačována zvlákňovací tryskou **3** a nanášena na dělený rotující kolektor **9**, viz Obr. 2. Elektrody **6** kolektoru **9** byly od zvlákňovací trysky **3** vzdáleny vertikálně o 12 cm. Kolektor **9** byl opatřen čtyřmi podélnými elektrodami **6** ve formě tenkých drátů o kruhovém průměru 0.8 mm. Vzájemná vzdálenost těchto elektrod **6** byla 25 mm. Kolektor **9** byl pomocí zdroje nízkého stejnosměrného napětí roztočen na 2000 otáček za minutu, jež odpovídají lineární povrchové rychlosti kolektoru 3.7 metrů za minutu. Mezi zvlákňovací trysku **3** a kolektor **9** byl připojen zdroj **4** vysokého napětí a jeho výstup nastaven na 28 kV. Elektrostatické síly způsobí vznik vlákna **5** o průměru v rozsahu od mikrovláken do nanovláken, které je postupně ukládáno ve formě vrstvy **8** orientovaných vláken **5** mezi elektrody **6**. Nanášení vláken **5** bylo po 30 sekundách přerušeno a rotující kolektor zastaven, resp. bylo vypnuto napájení motoru kolektoru **9** i vysokonapěťový zdroj **4**. Poté byla vrstva **8** vláken **5** stírána pomalým pohybem v(t) sběrače **7** podél elektrod **6** kolektoru **9**, přičemž sběrač **7** byl nakloněn pod úhlem  $\alpha = 75^\circ$ . Boční pohled uspořádání je uveden na obr. 3. Po usazení první vrstvy **8** vláken **5** na sběrač **7** byl kolektor **9** pootočen o  $90^\circ$ , následným pohybem sběrače **7** dojde k usazení další vrstvy **8** vláken **5** na jeho povrch. Tento postup byl opakován, dokud nebyla z kolektoru **9** sesbírána všechna vlákna **5** nanesená mezi čtyřmi podélnými elektrodami **6**, viz obr. 4a. Pak bylo opět spuštěno vláknění a celý proces se opakoval. Opakováním tohoto

postupu lze vyrobit téměř libovolně tlustou vrstvu na ploše (25x25) mm<sup>2</sup>. Povrch takové vrstvy je na obr. 6, který představuje snímek z elektronového mikroskopu při zvětšení 5 000x. Vláknění probíhalo při laboratorních podmínkách 24°C a relativní vlhkosti 40 %.

## **Příklad 2. Materiál s pravidelnou 3D strukturou složenou z navzájem kolmých vláken.**

Vlákna 5 o průměru v rozsahu od mikrovláken do nanovláken byla na rotující kolektor 9 se čtyřmi podélnými tyčovými elektrodami nanесena stejným postupem, jak je uvedeno v příkladu 1. Po zastavení vlákníciho procesu a rotujícího kolektoru 9 byla vlákna 5 stírána sběračem 7, viz obr. 5a. Ten se pohyboval podél vodivých tyčovitých elektrod 6 kolektoru 9 tak, že na povrchu sběrače 7 se vytvořila první vrstva vláken 5. Poté byl celý kolektor 9 pootočen o 90° a zároveň byl pootočen i čtvercový sběrač 7 o velikosti 25x25mm<sup>2</sup> o 90°. Sběrač 7 byl uveden do pohybu podél vodivých tyčovitých elektrod 6 kolektoru 9, přičemž docházelo k ukládání druhé vrstvy vláken 5. Vlákna 5 v druhé vrstvě 8 jsou ukládána kolmo na vlákna 5 z první či předchozí vrstvy 8. Tento proces stírání byl opakován čtyřikrát, dokud nebyla setřena všechna vlákna 5 z kolektoru 9. Poté byl kolektor 9 opět roztočen a spuštěn vlákníci proces. Tímto postupem vyrobený vzorek má pravidelnou 3D strukturu na ploše (25x25) mm<sup>2</sup>, příklad povrchu takového materiálu je na obr. 7, viz snímek z elektronového mikroskopu při zvětšení 1 000.

## **Průmyslová využitelnost**

Vynález lze využít k výrobě materiálů, z makroskopického hlediska plošných (2D) nebo objemových (3D), které jsou složeny z nanovláken nebo

mikrovláken, přičemž vnitřní vlákenná struktura těchto materiálů je pravidelná, uspořádaná v jednom nebo ve více směrech.

## Patentové nároky

1. Způsob výroby dvojrozměrných nebo trojrozměrných vlákenných materiálů z vláken (5) o průměru v rozsahu od mikrovláken do nanovláken, u něhož se v kroku a)

- z roztoku (1) průběžně vytahuje vlákno (5), které se pomocí elektrostatického pole přitáhne k otočné soustavě n elektrod (6), kde n je přirozené číslo, jejíž jednotlivé elektrody (6) jsou uspořádány v pravidelných vzájemných rozestupech a ve stejné vzdálenosti od osy otáčení soustavy elektrod (6) a rovnoběžně s ní, na niž se otáčením soustavy elektrod (6) navíjí vlákno (5), načež se v kroku b)

- odpojí elektrostatické pole a zastaví otáčení soustavy elektrod (6) a vrstva (8) vláken (5) vytvořená v poli mezi dvěma sousedními elektrodami (6) se sejme,

**v y z n a č u j í c í   s e   t í m ,** že v následujícím kroku c)

- se otočná soustava elektrod (6) pootočí o úhel  $360/n$ , sejme se vrstva (8) vláken (5) vytvořená mezi dvěma sousedními elektrodami (6) v poli, sousedícím s polem, z něhož byla sejmuta vrstva (8) v předešlém kroku b), a tento krok se opakuje celkem n-krát.

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í   s e   t í m ,** že se před krokem c) snímání vrstvy (8) vytvořené v poli mezi dvěma sousedními elektrodami (6) pootočí sběrač (7) pro dosažení směru vláken (5) odlišného od směru vláken (5) předchozí vrstvy (8).

3. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se na sobě uložené vrstvy (8) vláken (5) stlačí k sobě.

4. Způsob podle nároku 3, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se stlačením vrstev (8) vláken (5) vytvoří požadovaný prostorový tvar konečného výrobku.

5. Způsob podle nároku 4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se z vláken (5) vytvořený předmět zalije dalším médiem pro vytvoření kompozitního materiálu požadovaných vlastností.

6. Zařízení pro výrobu dvojrozměrných nebo trojrozměrných vláknenných - materiálů z vláken (5) pro provádění způsobu podle nároků 1 až 5, obsahující alespoň jednu zvlákňovací trysku (3), připojenou k prvnímu potenciálu, proti ní soustavu elektrod (6), uspořádaných v konstantním vzájemném odstupu a připojených ke druhému potenciálu, a sběrač (7) pro sběr vláken (5) usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod (6), **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že

- soustava elektrod (6) je uložena otočně a

- jednotlivé elektrody (6) soustavy elektrod (6) jsou uspořádány v pravidelných vzájemných rozestupech a ve stejné vzdálenosti od osy otáčení soustavy elektrod (6) a rovnoběžně s ní, přičemž

- sběrač (7) je vůči elektrodám (6) uložen pohyblivě ve směru podélných os elektrod (6) pro sběr vláken (5) usazených mezi jednotlivými dvojicemi sousedících elektrod (6) a

- je vůči elektrodám (6) uložen pohyblivě ve směru kolmém na podélné osy elektrod (6) pro zasunutí do záběru při sběru vláken (5) usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod (6) a pro vysunutí ze záběru po ukončení sběru vláken (5) usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod (6).

7. Zařízení podle nároku 6, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že sběrač (7) má rovnoběžníkový tvar, přičemž vzdálenost dvou jeho protilehlých stran rovnoběžných s osou otáčení soustavy elektrod (6) je menší než je vzdálenost nejbližších povrchů dvou sousedících elektrod (6).

8. Zařízení podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že

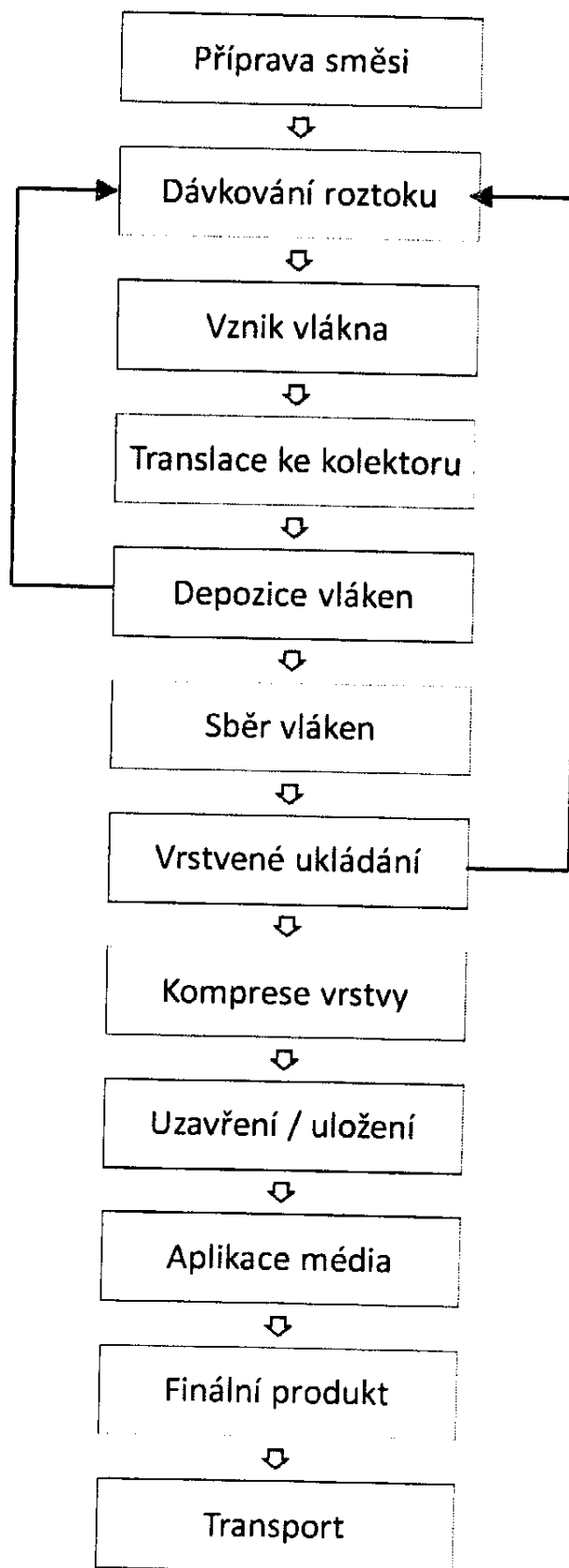
sběrač (7) je uložen otočně okolo kolmice na střed sběrače (7) pro pootočení sběrače (7) pro uložení další vrstvy (8) vláken (5) usazených mezi dvojicemi sousedících elektrod (6) se směrem vláken (5) odlišným od směru vláken (5) předchozí vrstvy (8).

9. Zařízení podle nároku 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že

- sběrač (7) má čtvercový tvar o straně menší než vzdálenost nejbližších povrchů dvou sousedících elektrod (6) a

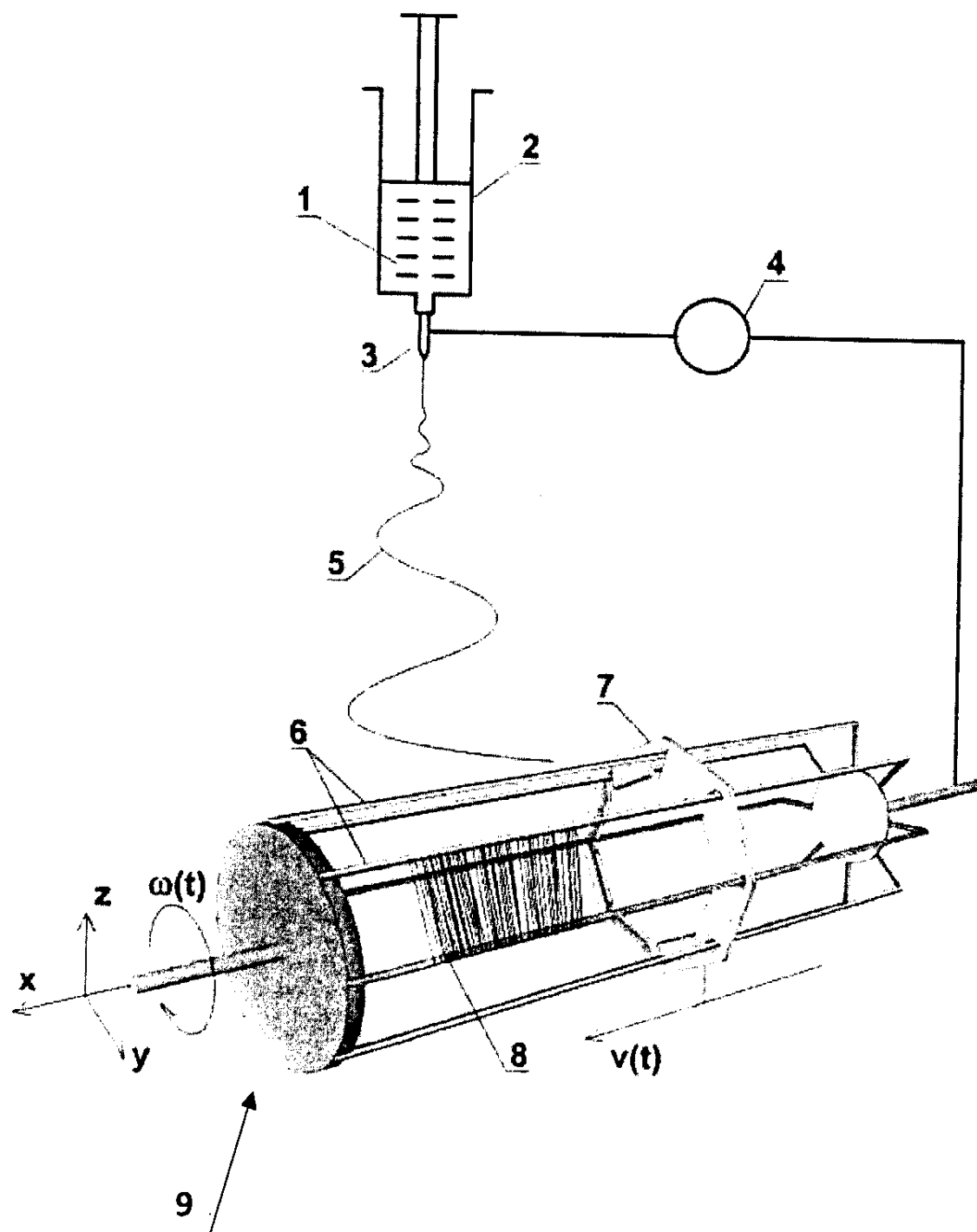
10. Zařízení podle nároku 6, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že sběrač (7) je ve tvaru misky pro uložení sebraných vrstev (8) vláken (5), přičemž zařízení je dále opatřeno pístem pro stlačení vláken (5) do sběrače (7) a pro kompresi jednotlivých vrstev (8) sebraných vrstev (8) vláken (5) pro mechanické zpevnění uspořádané 3D struktury.

02588

**Obr. 1**



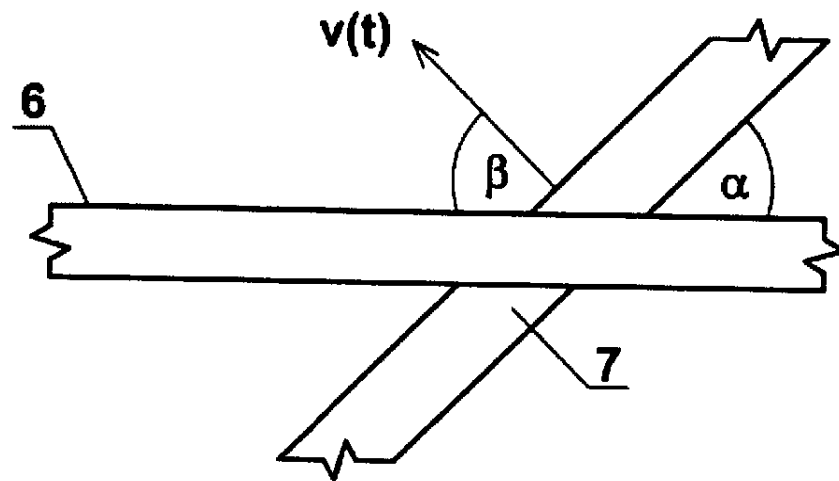
Obr. 2



11 SK

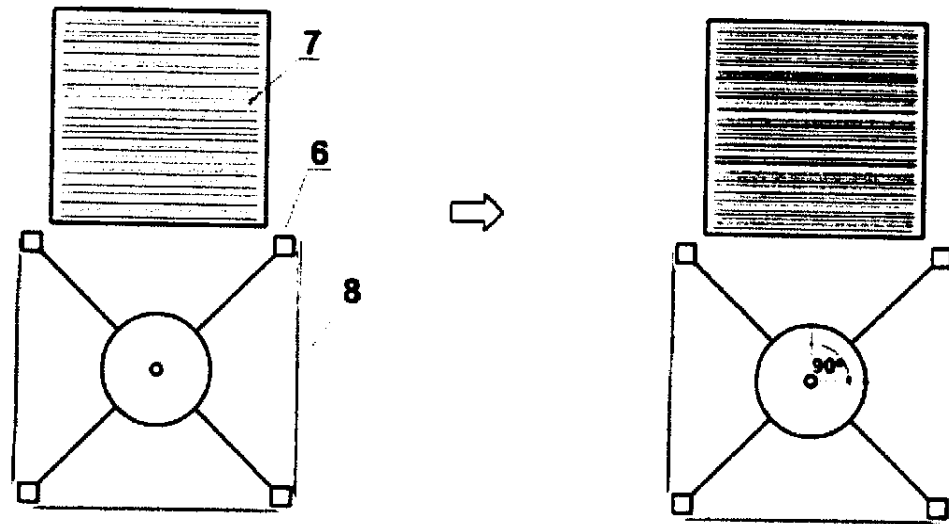
3/7

Obr. 3

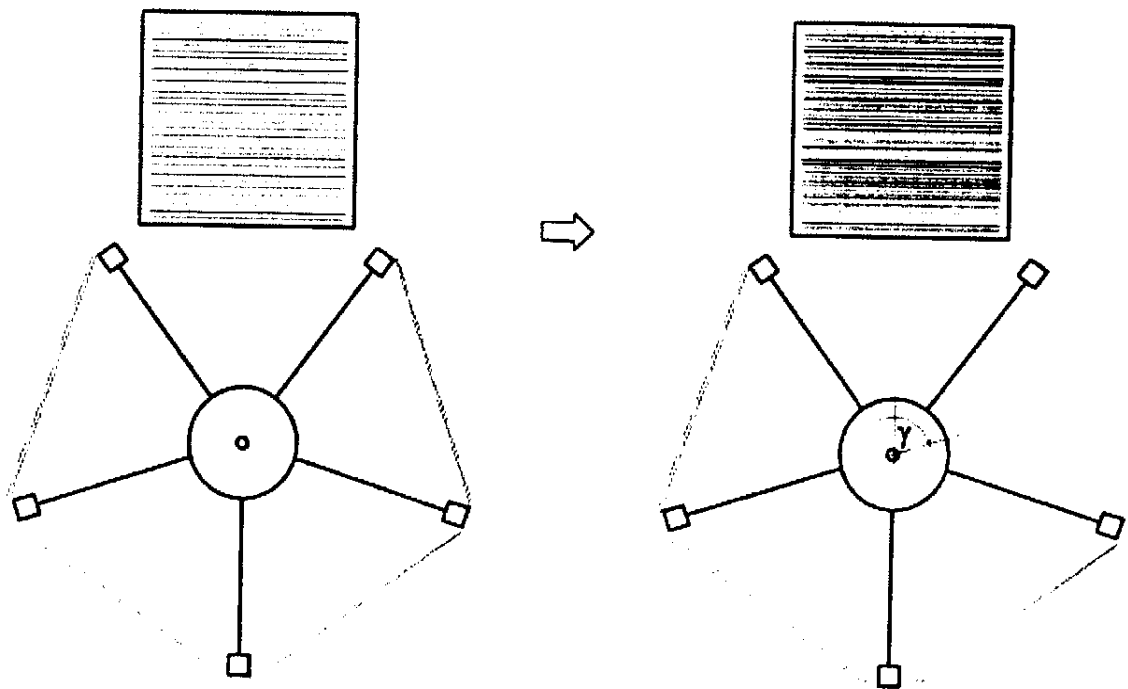


11512  
4/7

Obr. 4a



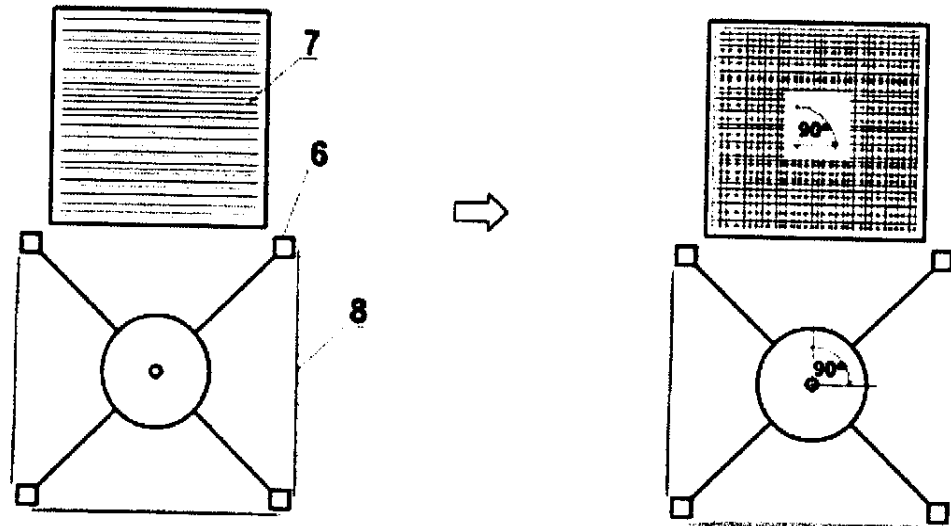
z  
y



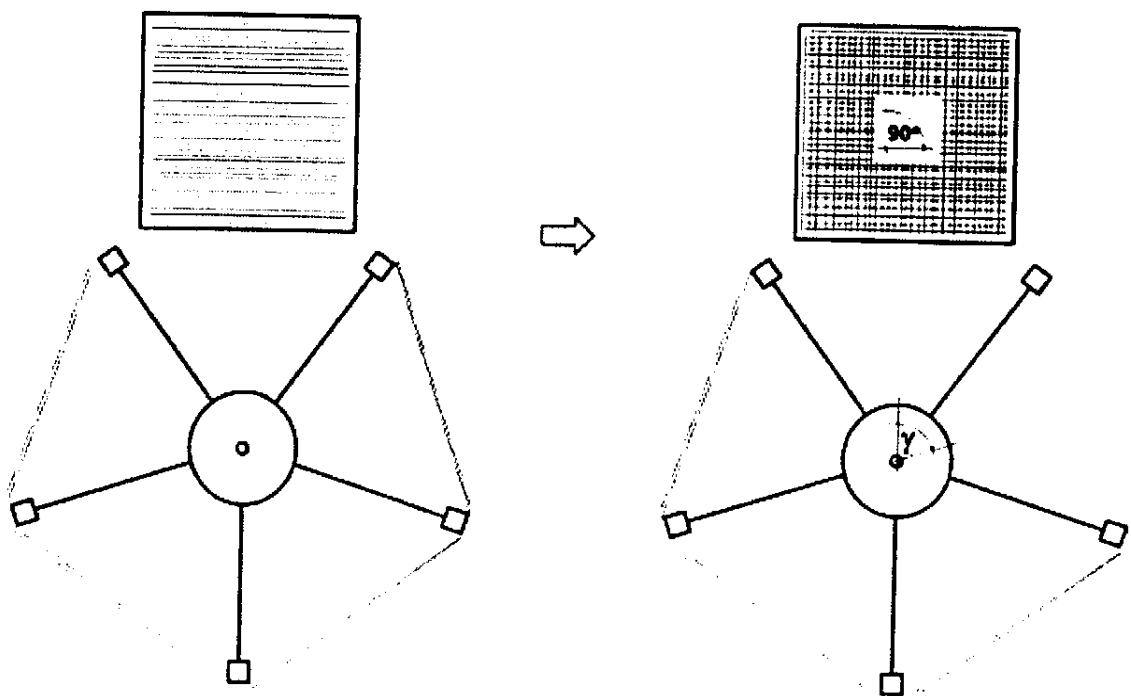
Obr. 4b

11 SK  
5/7

Obr. 5a



z  
y



Obr. 5b

TISK

6/7

Obr. 6



11SK

7/7

Obr. 7

