

- D01C 5/00 (2006.01)
- A62B 9/06 (2006.01)
- A41D 13/11 (2006.01)
- D06M 10/04 (2006.01)
- D06M 101/26 (2006.01)
- A62B 23/02 (2006.01)
- D06M 11/84 (2006.01)
- D04H 1/43 (2012.01)
- D04H 1/4242 (2012.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



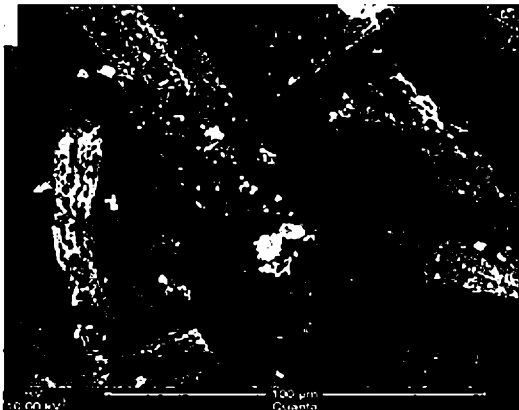
ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

- (21) Číslo přihlášky: 2021-194
- (22) Přihlášeno: 19.04.2021
- (40) Zveřejněno: 02.11.2022
(Věstník č. 44/2022)
- (47) Uděleno: 10.10.2024
- (24) Oznámení o udělení ve věstníku: 20.11.2024
(Věstník č. 47/2024)

(56) Relevantní dokumenty:
CHO, Chae-Wook, et al. Stabilization, carbonization, and characterization of PAN precursor webs processed by electrospinning technique. Carbon letters, 2007, 8.4: 313-320; ISSN: 1976-4251; KHAYYAM, Hamid, et al. PAN precursor fabrication, applications and thermal stabilization process in carbon fiber production: experimental and mathematical modelling. Progress in Materials Science, 2020, 107: 100575; ISSN: 0079-6425; NAEEM, Salman, et al. Sorption properties of iron impregnated activated carbon web for removal of methylene blue from aqueous media. Fibers and polymers, 2016, 17.8: 1245-1255; eISSN: 1875-0052.
CZ 2010-138; US 2012024304 A1.

- (73) Majitel patentu:
Technická univerzita v Liberci, Liberec, Liberec I-
Staré Město, CZ
- (72) Původce:
prof. Ing. Jiří Militký, CSc., Liberec, Liberec VI-
Rochlice, CZ
prof. Ing. Jakub Wiener, Ph.D., Liberec, Liberec
XXXIII-Machnín, CZ
- (74) Zástupce:
Dobroslav Musil a partneři s.r.o., Zábrdovická
917/11b, 615 00 Brno, Zábrdovice

tvorbě struktury tvořené uhlíkem z alespoň 99 % hmotn.
Množství mědi v této struktuře je 2 až 15 mg na 1 g této
souvislé vrstvy.



(54) Název vynálezu:
**Způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené
porézními uhlíkovými vlákny**

(57) Anotace:
Popisuje se způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené
porézními uhlíkovými vlákny karbonizací souvislé vrstvy
tvořené z alespoň 80 % hmotn. akrylovými vlákny, při
kterém se do struktury souvislé vrstvy tvořené z alespoň
80 % hmotn. akrylovými vlákny s plošnou hmotností
1200 až 36 000 g/m² před její karbonizací vnese vodná
reakční směs, která v přepočtu na 1 litr obsahuje 3 až
10 g dvojmocné soli mědi a případně 1 až 10 g
dvojmocné soli niklu, 0,5 až 1 g redukčního činidla ze
skupiny borohydrid sodný (NaBH₄), glukóza, furfural a
formaldehyd, 10 až 18 g triethanolaminu (TEA), 5 až
10 g thiosíranu sodného (Na₂S₂O₃) nebo siřičitanu
sodného (Na₂SO₃) a přidavku zásady, který upravuje pH
této směsi na pH ≈ 9,5, přičemž v této směsi dochází k
reakci dvojmocné soli mědi a této zásady a tvorbě
hydroxidu měďnatého (Cu(OH)₂). Po redukci hydroxidu
měďnatého a tvorbě částic elementární mědi se souvislá
vrstva tvořená akrylovými vlákny stabilizuje v
předepnutém stavu a v oxidačním prostředí po dobu 10 až
30 minut při teplotě 250 až 320 °C. Poté se struktura
akrylových vláken s částicemi mědi ohřeje pod vrstvou
dřevěného uhlí nebo v atmosféře plynu bránícího oxidaci
rychlostí 300 až 400 °C/min na teplotu 1200 až 1500 °C,
na které setrvá 3 až 10 minut, přičemž dochází k její
karbonizaci a alespoň v části struktury ke grafitizaci a

Způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny, která je schopná sterilizačního ohřevu Joulovým teplem.

10 Dosavadní stav techniky

V současné době je známá řada funkčních materiálů na bázi uhlíku (aktivního/aktivovaného), které jsou schopné zachytávat a likvidovat různé biologické kontaminanty, zejména bakterie a plísně, a díky sorpčním vlastnostem a velkému měrnému povrchu i řadu chemických kontaminantů v plynném i kapalném stavu, vč. zápachů různého původu. Nevýhodou těchto materiálů je to, že obsahují uhlík v podobě nesouvislé a nespojitě vrstvy – např. ve formě prášku nebo granulí, která má jen omezené využití a neumožňuje naplno využít potenciál tohoto materiálu.

20 Cílem vynálezu je navrhnout způsob pro přípravu souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny, která by z hlediska praktického využití byla vhodnější než nesouvislá vrstva.

Podstata vynálezu

25

Způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny podle vynálezu je založen na karbonizaci souvislé vlákně struktury tvořené zcela nebo alespoň z 80 % hmotn. akrylovými vlákny za řízených podmínek ohřevu (teplota karbonizace, rychlost jejího dosažení a setrvání na ní). Jako výchozí struktura se přitom s výhodou použije vlákně struktura, která je jinak nevyužitelným odpadem různých textilních technologií. Vhodnou výchozí vlákně strukturu jsou zejména různé typy netkaných struktur, jako např. netkané textilie nebo rouna – zpevněná, pojená (např. vpichováním), příčně vrstvená, kolmo kladená a/nebo skládaná (např. způsobem podle CZ 306111), s celkovou plošnou hmotností 1200 až 36 000 g/m² a tloušťkou s výhodou 1 až 50 mm, případně i více. Karbonizace takové struktury probíhá pod vrstvou dřevěného uhlí nebo v atmosféře plynu bránícího oxidaci, jako např. CO₂, dusíku apod., a to za teploty 1200 až 1500 °C. Výchozí vlákně struktura se přitom na tuto teplotu ohřívá postupně rychlostí 300 až 400 °C/min a setrvává na ní 3 až 10 minut. Při tomto postupu dochází ke karbonizaci, při které se ze struktury akrylových vláken odstraňuje vodík a část dusíku a kyslíku, a vytváří se struktura tvořená z 80 až 95 % hmotn. uhlíkem; v některých částech struktury přitom za těchto podmínek dochází až ke grafitizaci, při které se ze struktury akrylových vláken odstraňují i poslední atomy dusíku, v důsledku čehož dochází ke vzniku dokonalejších uhlíkových mikrokrytalů a tvorbě uspořádanější uhlíkové struktury – tzv. turbostatické, s řízenou elektrickou vodivostí, která je tvořená uhlíkem z alespoň 99 % hmotn. Výsledná souvislá vrstva je tak tvořená mikroporézními uhlíkovými vlákny a zachovává si vlákně charakter a morfologii výchozí vlákně struktury; přitom dosahuje cca 45 až 60 % její původní hmotnosti i tloušťky a je tepelně i elektricky vodivá, což např. umožňuje její ohřev Joulovým teplem, např. za účelem její sterilizace (viz níže). Přitom vhodně kombinuje členité mezivlákně prostory o průměru v závislosti na výchozí struktuře cca 50 nm až 3 μm s porézními vlákny s póry o průměru 2 až 50 nm vytvořenými unikem plynných produktů karbonizace z materiálu vláken, což jí umožňuje spolehlivě zachytávat mechanické nečistoty, ale i mikroorganismy, zejména bakterie a některé viry o velikostech od 50 nm, chemické kontaminanty v plynné i kapané formě a také zápachy biologického původu nebo generované některými chemikáliemi, např. amoniakem, formaldehydem, těkavými organickými sloučeninami apod.; a to při původní nebo i vyšší prodyšnosti.

55

- Aby během karbonizace nedocházelo ke kolapsu vnitřní struktury výchozí souvislé vrstvy, je výhodné tuto vrstvu před karbonizací stabilizovat. Vhodným způsobem stabilizace je její vystavení teplotě 250 až 320 °C v předepnutém stavu (při působení tahového napětí) na dobu 10 až 30 minut v oxidačním prostředí (např. na vzduchu). Během stabilizace dochází ve struktuře akrylových vláken k cyklizaci vazeb v řetězci makromolekuly a k zesíťování makromolekul kyslíkovými můstky, což je doprovázeno změnou barvy, snížením hmotnosti a únikem plynů, přičemž se jednotlivá vlákna stávají netavitelnými. Při výhodném postupu stabilizace se výchozí vrstva na stabilizační teplotu ohřívá rychlostí 35 °C za minutu.
- Pro zlepšení antimikrobiálního účinku a elektrické vodivosti výsledné uhlíkové struktury se do výchozí struktury zanesou alespoň jeden prekursor mědi s kladným redoxním potenciálem, jako např. hydroxid měďnatý ($\text{Cu}(\text{OH})_2$), který se díky kladnému redoxnímu potenciálu snadno redukuje na kovové částice. Ty se poté prostřednictvím van der Walsových sil a komplexní vazby s nitrilovými skupinami ($-\text{C}\equiv\text{N}$) a karboxylovými skupinami (COOH), vážou k vláknům vytvářené uhlíkové struktury. Tento prekursor se do struktury výchozí vrstvy s výhodou zanáší ve formě vodné reakční směsi některým ze známých způsobů – např. ponořením do lázně, nástřikem, klocováním apod. Ve výhodné variantě provedení obsahuje reakční směs v přepočtu na 1 litr 3 až 10 g alespoň jedné dvojmocné soli mědi, jako např. pentahydrátu síranu měďnatého ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), která následně v alkalické vodném prostředí reakční směsi vytváří hydroxid měďnatý $\text{Cu}(\text{OH})_2$, 0,5 až 1 g redukčního činidla ze skupiny borohydrid sodný (NaBH_4), glukóza, furfural a formaldehyd, 10 až 18 g triethanolaminu (TEA) působícího jako komplexant chránící proti vylučování mědi z reakční směsi, 5 až 10 g soli obsahující síru a sodík ze skupiny thiosíran sodný ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), siřičitan sodný (Na_2SO_3), která stabilizuje reakční směs a zajišťuje depozici mědi pouze na povrchu vláken, a přírůstek zásady, který upravuje pH této směsi na $\text{pH} \approx 9,5$. Výhodnou zásadou je např. hydroxid sodný (NaOH), který současně také rozvolňuje kompaktní povrch akrylových vláken, napomáhá otevírání pórů a částečně hydrolyzuje nitrilové skupiny ($-\text{C}\equiv\text{N}$) ve struktuře akrylových vláken a převádí je na amidové (NH_2) a karboxylové skupiny (COOH), v důsledku čehož dochází následně ke zvýšené depozici mědi.
- Poté se tato struktura s nanesenou reakční směsí na dobu 10 až 30 minut ohřeje na teplotu 80 °C až 95 °C, přičemž dojde k redukci prekursoru mědi a připojení vytvořených částic mědi na povrchu vláken výchozí vrstvy. Při redukci prekursoru mědi vznikají nanočástice mědi, které se shlukují do větších celků a takto vytvořené aglomeráty se ukládají převážně na povrchu jednotlivých vláken a případně i v jejich pórech (viz obr. 3).
- Tento proces lze v případě potřeby současně nebo postupně provádět se dvěma nebo více prekursorů stejného nebo odlišného kovu/kovů. Vhodnou kombinací je pak např. kombinace prekursoru mědi s prekurzorem niklu, např. hydroxidem nikelnatým ($\text{Ni}(\text{OH})_2$), který v alkalickém prostředí reakční směsi vzniká z dvojmocné soli niklu, jako např. hexahydrátu síranu nikelnatého ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), kdy se během redukce těchto prekursorů částice niklu prostřednictvím van der Walsových sil a komplexní vazby s nitrilovými skupinami ($-\text{C}\equiv\text{N}$) a karboxylovými skupinami (COOH) vážou fyzikálními silami na vlákna vláknenné struktury, přičemž část částic mědi se následně váže k částicím niklu. Nikl působí také jako prostředek pro aktivaci povrchu vláken a katalyzátor redukce mědi.
- Množství nanášeného prekursoru mědi odpovídá 2 až 15 mg elementárního kovu na 1 g souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny. Množství prekursoru niklu v reakční směsi je s přihlédnutím k tomu, že nikl má menší elektrickou vodivost než měď, s výhodou stejné nebo menší než množství prekursoru mědi v reakční směsi, tj. 1 až 15 mg (při obsahu dvojmocné soli niklu v reakční směsi 1 až 10 g).
- Souvislá vrstva tvořená porézními uhlíkovými vlákny pode vynálezu má plošnou hmotnost 540 až 21 600 g/m² a tloušťku 0,45 až 50 mm, přičemž na jejích uhlíkových vláknech jsou připojené částice mědi v množství 2 až 15 mg na 1 g této souvislé vrstvy.

V další variantě jsou na uhlíkových vláknech této vrstvy připojené částice mědi v množství 2 až 15 mg na 1 g této souvislé vrstvy a částice niklu v množství 1 až 15 mg, přičemž alespoň část částic mědi je k vláknům vrstvy připojena prostřednictvím částic niklu.

- 5 Tímto způsobem připravená souvislá vrstva tvořená porézními uhlíkovými vlákny má řadu využití. Díky svým vlastnostem a vysoké prodyšnosti může sloužit zejména jako aktivní vrstva (tj. vrstva s antimikrobiálními vlastnostmi) různých druhů plynových, zejména vzduchových filtrů, od filtrů klimatizací a podobných systémů budov nebo vozidel až po filtry osobních ochranných pomůcek pro filtraci vdechovaného a/nebo vydechovaného vzduchu, vč. masek, polomasek, roušek, ústenek apod. Díky vhodné kombinaci vláken s póry o průměru 2 až 50 nm a mezivláknenných prostorů o průměru cca 50 nm až 3 μm s vysokou členitostí (křivolakostí) je schopná spolehlivě zachytávat a působením mědi s antimikrobiálním účinkem likvidovat mikroorganismy, zejména bakterie, plísňe a viry o velikostech od 50 nm; její prodyšnost je přitom, i při tloušťkách nad 30 mm dostatečná pro komfortní dýchání uživatele. Kromě zachytu mikroorganismů je však tato vrstva současně schopná díky své porézní struktuře adsorbovat některé plynné i kapalně chemikálie a odstraňovat zápachy různého původu, např. generované některými chemikáliemi, např. amoniakem, formaldehydem, těkavými organickými sloučeninami atd. Její elektrická vodivost přitom umožňuje její sterilizaci (regeneraci) tzv. suchým teplem – Jouleovým ohřevem, při kterém se na souvislou vrstvu porézních uhlíkových vláken přivádí elektrické napětí z libovolného zdroje elektrické energie (power banka, elektrická síť, baterie, mobilní telefon atd.). Sterilizace přitom efektivně probíhá i s příkonem v řádu jednotek W po dobu pouze několika jednotek minut, a souvislá vrstva tvořená porézními uhlíkovými vlákny se při ní ohřívá na teplotu nad 100 °C, s výhodou kolem 140 °C, při které dochází také k efektivní sterilizaci přilehlých vrstev filtru, resp. ochranné pomůcky. K tomuto účelu je tato vrstva s výhodou na opačných stranách opatřená dvěma elektrickými kontakty, jako např. kovovými pásy, plošnou nebo délkovou textilií z elektricky vodivých vláken (stříbro, uhlík, měď, nerezová ocel typu Inox apod.). Forma upevnění může být typicky pomocí vodivých adheziv nebo zapouzdření v obalu s vodivými kontakty.
- 30 Vzduchový filtr založený na použití souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny podle vynálezu pak obsahuje alespoň jednu takovou vrstvu s tloušťkou 1 až 50 mm, případně i více, v kombinaci s alespoň jednou vrstvou libovolného filtračního materiálu (s výhodou materiálu typu HEPA, případně filtračního materiálu na bázi polymerních vláken a/nebo nanovláken) s teplotu tání s výhodou nad 170 °C. Vrstva filtračního materiálu přitom slouží pro záchyt mechanických nečistot obsažených ve filtrovaném vzduchu a současně poskytuje souvislé vrstvě tvořené porézními uhlíkovými vlákny mechanickou oporu a ochranu. Ve výhodné variantě provedení je souvislá vrstva tvořená porézními uhlíkovými vlákny uložena mezi dvěma vrstvami filtračního materiálu (stejnými nebo odlišnými), přičemž je alespoň s jednou z nich mechanicky spojena, s výhodou bodově prostřednictvím vhodného pojiva – a to buď po obvodu nebo v celé ploše. Použité pojivo i materiál ostatních vrstev vzduchového filtru pak musí mít tepotu měknutí vyšší, než je teplota, na kterou se během sterilizace souvislá vrstva tvořená porézními uhlíkovými vlákny ohřívá.

- 45 Rouška pro filtraci vdechovaného a/nebo vydechovaného vzduchu založená na použití souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny podle vynálezu pak obsahuje alespoň jednu takovou vrstvu s tloušťkou 1 až 50 mm, případně i více, v kombinaci s alespoň jednou vrstvou libovolného filtračního materiálu (s výhodou materiálu typu HEPA). Vrstva filtračního materiálu přitom slouží pro záchyt mechanických nečistot obsažených ve vdechovaném a/nebo vydechovaném vzduchu a současně poskytuje souvislé vrstvě tvořené porézními uhlíkovými vlákny mechanickou oporu a ochranu. Ve výhodné variantě je souvislá vrstva tvořená porézními uhlíkovými vlákny uložena mezi dvěma vrstvami filtračního materiálu (stejnými nebo odlišnými), přičemž je alespoň s jednou z nich mechanicky spojena, s výhodou bodově prostřednictvím vhodného pojiva – a to buď po obvodu nebo v celé ploše. Použité pojivo i materiál ostatních vrstev roušky pak musí mít tepotu měknutí vyšší, než je teplota, na kterou se během sterilizace souvislá vrstva tvořená porézními uhlíkovými vlákny ohřívá.
- 55

Objasnění výkresů

- Na přiložených výkresech je na obr. 1 fotografie netkané textilie tvořené akrylovými vlákny zpevněné vpichováním, na obr. 2 fotografie souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny připravené karbonizací netkané textilie podle obr. 1, a na obr. 3 SEM snímek této souvislé vrstvy s indikací velikosti rozlišení.

10 Příklady uskutečnění vynálezu

Níže je pro názornost uvedeno šest konkrétních příkladů přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny způsobem podle vynálezu.

15 Příklad 1

- Netkaná textilie z akrylových vláken zpevněná vpichováním s plošnou hmotností 1300 g/m² (obr. 1) se na 1 minutu ponořila do reakční směsi, která v přepočtu na 1 l obsahovala 14 g triethanolaminu, 0,5 g borohydridu sodného (NaBH₄), 5 g siřičitanu sodného (Na₂SO₃), 1 g hydroxidu sodného (NaOH), hydroxid měďnatý (Cu(OH)₂) vytvořený z 5 g pentahydrátu síranu měďnatého (CuSO₄·5H₂O) a hydroxid nikelnatý (Ni(OH)₂) vytvořený z 1 g hexahydrátu síranu nikelnatého (NiSO₄·6H₂O). Po vyjmutí se netkaná textilie ohřála na teplotu 85 °C, na které setrvala 20 minut, přičemž došlo k redukci prekursoru mědi i niklu a připojení vytvořených částic niklu a mědi na povrchu akrylových vláken, přičemž část částic mědi se připojila k částicím niklu na povrchu akrylových vláken.

- Poté následovala stabilizace, při které se takto upravená netkaná textilie v předepnutém stavu rychlostí 35 °C/min ohřála na teplotu 280 °C, na které setrvala 20 minut. Poté se rychlostí 300 °C/min pod vrstvou dřevěného uhlí ohřála na tepotu 1250 °C, na které setrvala po dobu 5 minut, přičemž proběhla její karbonizace a částečná grafitizace (obr. 2 a obr. 3).

- Povrchová plocha takto připravené vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny byla 210 m²/g. Takto připravená vrstva byla elektricky vodivá, přičemž při připojení k elektrickému zdroji o výkonu 4 W se během 3 minut ohřála na teplotu 140 °C.

35

Příklad 2

- Stejná netkaná textilie z akrylových vláken jako v příkladu 1 se po ponoření do stejné lázně na 1 minutu v předepnutém stavu stabilizovala při teplotě 320 °C, na které setrvala 10 minut. Poté se tato vrstva rychlostí 300 °C/min ohřála pod vrstvou dřevěného uhlí na tepotu 1300 °C, na které setrvala po dobu 5 minut, přičemž proběhla její karbonizace a částečná grafitizace.

- Povrchová plocha takto připravené vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny byla 278 m²/g. Takto připravená vrstva byla elektricky vodivá, přičemž při připojení k elektrickému zdroji o výkonu 4 W se během 3 minut ohřála na teplotu 170 °C.

45

Příklad 3

- Stejná netkaná textilie z akrylových vláken jako v příkladu 1 se po ponoření do stejné lázně na 1 minutu v předepnutém stavu stabilizovala při teplotě 320 °C, na které setrvala 30 minut. Poté se tato vrstva rychlostí 310 °C/min ohřála pod vrstvou dřevěného uhlí na tepotu 1200 °C, na které setrvala po dobu 7 minut, přičemž proběhla její karbonizace a částečná grafitizace.

50

Povrchová plocha takto připravené vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny byla 190 m²/g. Takto připravená vrstva byla elektricky vodivá, přičemž při připojení k elektrickému zdroji o výkonu 4 W se během 3 minut ohřála na teplotu 110 °C.

5 Příklad 4

Rouno z akrylových vláken s plošnou hmotností 2700 g/m² se na 1 minutu ponořilo do reakční směsi, která v přepočtu na 1 litr obsahovala 16 g triethanolaminu, 1 g NaBH₄, 10 g Na₂SO₃, 1 g NaOH a Cu(OH)₂ vytvořený ze 3 g CuSO₄·5H₂O. Po vyjmutí se toto rouno ohřálo na teplotu 80 °C, na které setrvalo 10 minut, přičemž došlo k redukci prekursoru mědi a připojení vytvořených částic mědi na povrch akrylových vláken.

Poté následovala stabilizace, při které se takto upravené rouno v předepnutém stavu rychlostí 35 °C/min ohřálo na teplotu 300 °C, na které setrvalo 15 minut. Poté se rychlostí 350 °C/min pod vrstvou dřevěného uhlí ohřálo na tepotu 1450 °C, na které setrvalo po dobu 4 minut, přičemž proběhla jeho karbonizace a částečná grafitizace.

Povrchová plocha takto připravené vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny byla 257 m²/g. Takto připravená vrstva byla elektricky vodivá, přičemž při připojení k elektrickému zdroji o výkonu 4 W se během 3 minut ohřála na teplotu 125 °C.

Příklad 5

Netkaná textilie z akrylových vláken zpevněná vpichováním s plošnou hmotností 2300 g/m² se na 1 minutu ponořila reakční směsi, která v přepočtu na 1 litr obsahovala 10 g triethanolaminu, 1 g glukózy, 7 g Na₂SO₃, 1 g NaOH, Cu(OH)₂ vytvořený z 8 g CuSO₄·5H₂O a Ni(OH)₂ vytvořený z 3 g NiSO₄·6H₂O. Po vyjmutí se tato netkaná textilie ohřála na teplotu 90 °C, na které setrvala 30 minut, přičemž došlo k redukci prekursoru mědi i niklu a připojení vytvořených částic niklu na povrchu akrylových vláken a připojení částic mědi k částicím niklu.

Poté následovala stabilizace, při které se takto upravená netkaná textilie v předepnutém stavu rychlostí 35 °C/min ohřála na teplotu 250 °C, na které setrvala 30 minut. Poté se rychlostí 320 °C/min pod vrstvou dřevěného uhlí ohřála na tepotu 1250 °C, na které setrvala po dobu 8 minut, přičemž proběhla její karbonizace a částeční grafitizace.

Povrchová plocha takto připravené vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny byla 272 m²/g. Takto připravená vrstva byla elektricky vodivá, přičemž při připojení k elektrickému zdroji o výkonu 4 W se během 3 minut ohřála na teplotu 120 °C.

40 Příklad 6

Způsobem podle CZ 306111 skládaná netkaná textilie z akrylových vláken s plošnou hmotností 36 000 g/m² se na 5 minut ponořila do reakční směsi, která v přepočtu na 1 litr obsahovala 18 g triethanolaminu, 0,7 g NaBH₄, 10 g Na₂S₂O₃, 1 g NaOH, Cu(OH)₂ vytvořený z 10 g CuSO₄·5H₂O a Ni(OH)₂ vytvořený ze 4 g NiSO₄·6H₂O. Po vyjmutí se tato textilie ohřála na teplotu 95 °C, na které setrvala 30 minut, přičemž došlo k redukci prekursoru mědi i niklu a připojení vytvořených částic niklu a mědi na povrchu akrylových vláken, přičemž část částic mědi se připojila k částicím niklu na povrchu akrylových vláken.

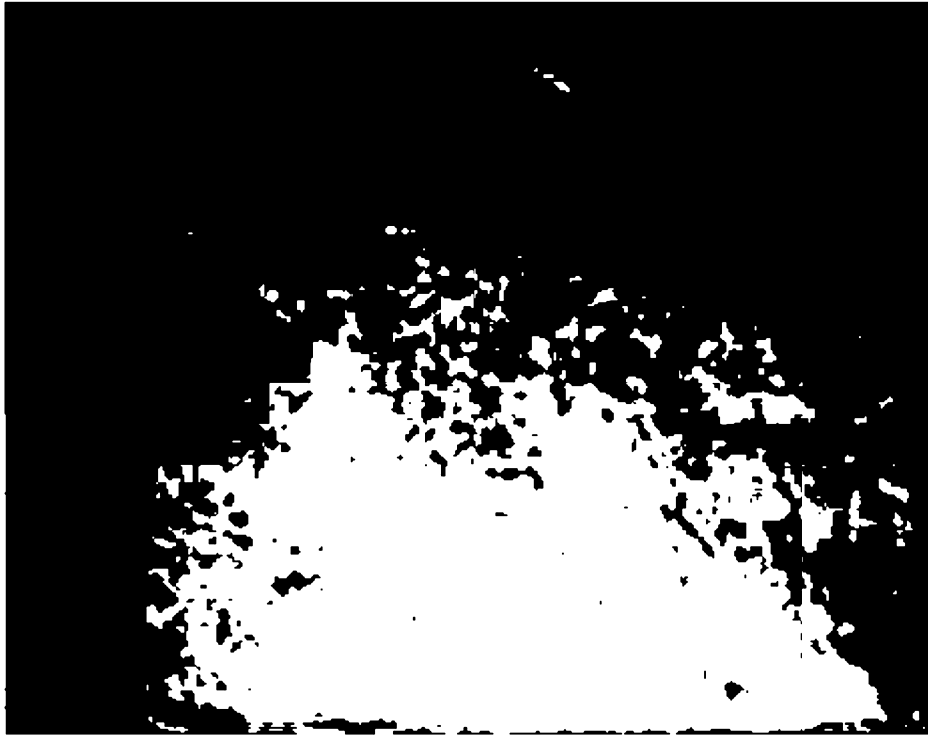
Poté následovala stabilizace, při které se takto upravená netkaná textilie v předepnutém stavu rychlostí 35 °C/min ohřála na teplotu 320 °C, na které setrvala 30 minut. Poté se rychlostí 400 °C/min v atmosféře CO₂ ohřála na tepotu 1500 °C, na které setrvala po dobu 10 minut, přičemž proběhla její karbonizace.

Povrchová plocha takto připravené vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny byla 326 m²/g. Takto připravená vrstva byla elektricky vodivá, přičemž při připojení k elektrickému zdroji o výkonu 4 W se během 3 minut ohřála na teplotu 140 °C.

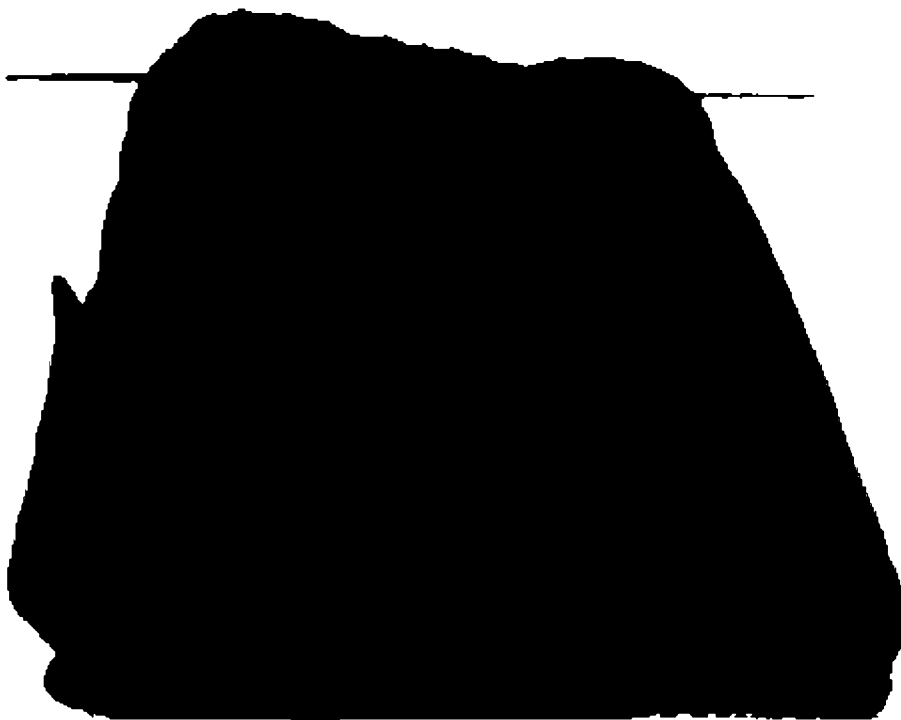
PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny karbonizací souvislé vrstvy tvořené z alespoň 80 % hmotn. akrylovými vlákny, **vyznačující se tím**, že se do struktury souvislé vrstvy tvořené z alespoň 80 % hmotn. akrylovými vlákny s plošnou hmotností 1200 až 36 000 g/m² před její karbonizací vnese vodná reakční směs, která v přepočtu na 1 litr obsahuje:
- a) 3 až 10 g dvojmocné soli mědi, 0,5 až 1 g redukčního činidla ze skupiny borohydrid sodný NaBH₄, glukóza, furfural a formaldehyd, 10 až 18 g triethanolaminu TEA, 5 až 10 g thiosíranu sodného Na₂S₂O₃ nebo siřičitanu sodného Na₂SO₃ a přídavek zásady, přičemž pH této směsi ≈ 9,5, nebo
- b) 3 až 10 g dvojmocné soli mědi, 1 až 10 g dvojmocné soli niklu, 0,5 až 1 g redukčního činidla ze skupiny borohydrid sodný NaBH₄, glukóza, furfural a formaldehyd, 10 až 18 g triethanolaminu TEA, 5 až 10 g thiosíranu sodného Na₂S₂O₃ nebo siřičitanu sodného Na₂SO₃ a přídavek zásady, přičemž pH této směsi ≈ 9,5,
- a poté se souvislá vrstva tvořená akrylovými vlákny s reakční směsí na dobu 10 až 30 minut ohřeje na teplotu 80 °C až 95 °C a po uplynutí této doby se souvislá vrstva tvořená akrylovými vlákny s připojenými částicemi mědi nebo s připojenými částicemi mědi a niklu v předepnutém stavu a v oxidačním prostředí na dobu 10 až 30 minut ohřeje na teplotu 250 až 320 °C, a po uplynutí této doby se takto stabilizovaná struktura akrylových vláken s částicemi mědi ohřeje pod vrstvou dřevěného uhlí nebo v atmosféře plynu bránícího oxidaci rychlostí 300 až 400 °C/min na teplotu 1200 až 1500 °C, na které setrvá 3 až 10 minut za vytvoření souvislé elektricky vodivé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny, jejichž struktura je tvořená z 80 až 95 % hmotn. uhlíkem a alespoň část této struktury je grafitizovaná a tvořená uhlíkem z 99 % hmotn., s připojenými částicemi mědi, která má plošnou hmotnost 540 až 21 600 g/m² a tloušťku 0,45 až 50 mm, přičemž množství mědi je 2 až 15 mg na 1 g této souvislé vrstvy, nebo s připojenými částicemi mědi a niklu, přičemž množství mědi je 2 až 15 mg na 1 g této souvislé vrstvy a množství niklu je 1 až 15 mg na 1 g této souvislé vrstvy.
2. Způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že jako zásada pro úpravu pH reakční směsi se použije hydroxid sodný NaOH.
3. Způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že vláknenná struktura se při stabilizaci ohřívá rychlostí 35 °C/min.
4. Způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že dvojmocnou solí mědi je pentahydrát síranu měďnatého CuSO₄.5H₂O.
5. Způsob přípravy souvislé vrstvy tvořené porézními uhlíkovými vlákny podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že dvojmocnou solí niklu je hexahydrát síranu nikelnatého NiSO₄.6H₂O.

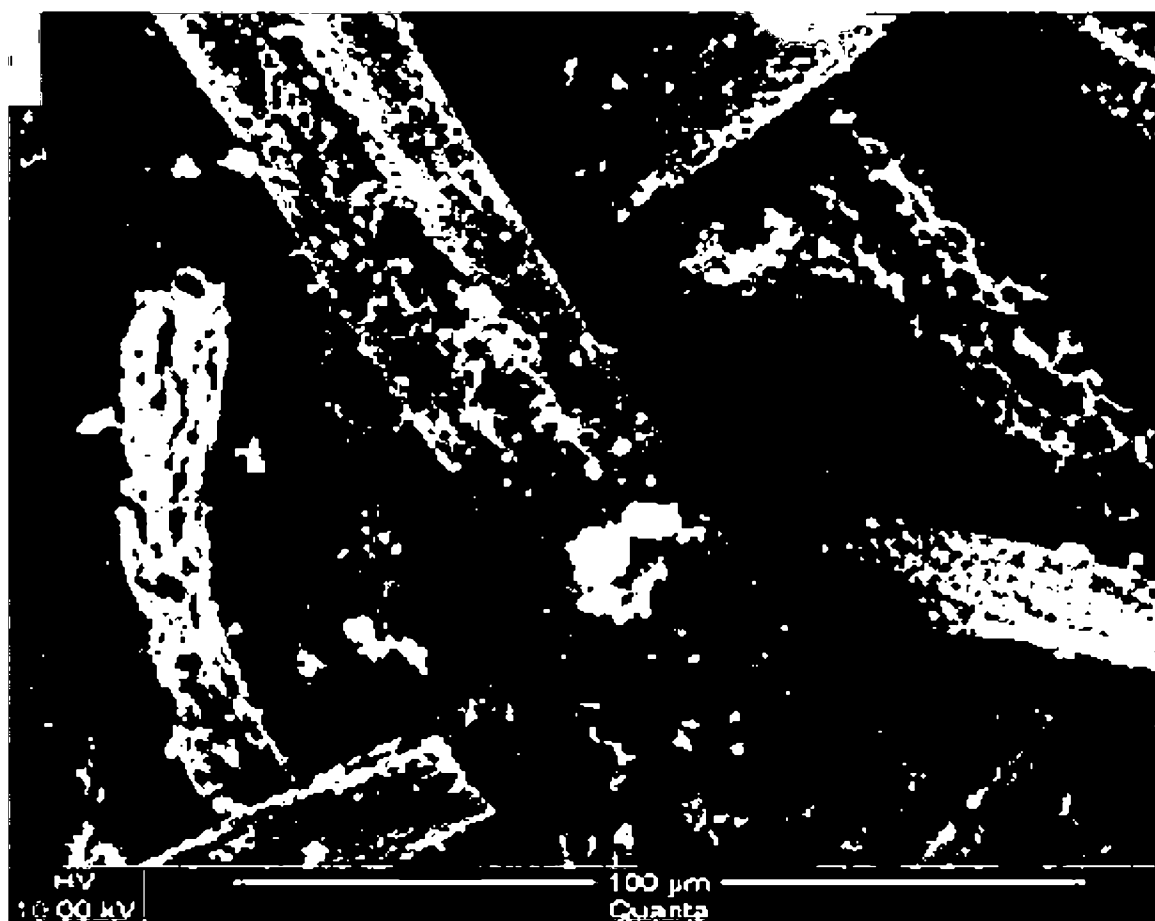
2 výkresy



Obr. 1



Obr. 2



Obr. 3