

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

306 773

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

C01B 33/12 (2006.01)
D01D 5/11 (2006.01)
D01F 9/00 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2016-239**
(22) Přihlášeno: **26.04.2016**
(40) Zveřejněno: **28.06.2017**
(Věstník č. 26/2017)
(47) Uděleno: **17.05.2017**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **28.06.2017**
(Věstník č. 26/2017)

(56) Relevantní dokumenty:

CZ 2015-618 A3; CN 104018295 A; CN 103102067 A; CN 101343781 A; CN 102674370 A; CZ 2012-549 A3; CZ 2008-277 A3.

(73) Majitel patentu:
Pardam, s.r.o., Pardubice - Zelené Předměstí, CZ

(72) Původce:
Ing. Jana Růžičková, Ph.D., Praha 4 - Kunratice, CZ
Ing. Miroslav Tejkl, Ph.D., Šumperk, CZ
Andrea Kudrová, Ústí nad Labem, CZ
Zdeněk Vosátka, Teplice, CZ
Mgr. Jan Buk, Roudnice nad Labem, CZ

(74) Zástupce:
KANIA*SEDLÁK*SMOLA, Mgr. Martina
Dvořáková, Mendlovo nám. 1a, 603 00 Brno

(54) Název vynálezu:

**Prekurzorové vlákno určené pro přípravu
křemíkových vláken, způsob jeho výroby,
způsob jeho modifikace a jeho použití**

(57) Anotace:

Prekurzorové vlákno určené pro přípravu křemíkových vláken, které obsahuje nosný polymer a má obsah křemíku ve vláknech 60 až 95 % hmotn. v sušině. Dále je popsán způsob jeho přípravy odstředivým nebo elektrostatickým zvlákněním vodných roztoků nosných polymerů s obsahem roztoku soli kyseliny křemičité. Získané prekurzorové vlákno je následně kalcinováno za účelem odstranění nosného polymeru a vzniku křemíkových vláken, které mohou tvořit vlákenný materiál v široké škále forem od plošných útvarů po objemné vatovité struktury.

CZ 306773 B6

Prekurzorové vlákno určené pro přípravu křemíkových vláken, způsob jeho výroby, způsob jeho modifikace a jeho použití

5 Oblast techniky

Vynález se týká prekurzorových vláken určených pro přípravu křemíkových vláken, způsobu jejich výroby, dále také způsobu jejich modifikace za vzniku nanovláken a/nebo submikronových vláken amorfního oxidu křemičitého.

10

Dosavadní stav techniky

15 Obliba křemíku jako materiálu pro různá odvětví lidské činnosti je dána jeho schopností interakce s jinými skupinami, funguje např. jako donor nebo akceptor protonu, dále je schopen dipól–dipólových interakcí, interakcí indukovaných dipólů a interakcí založených na disperzních silách (Reich, 2007). Nanovlákná a submikronová vlákna mají obrovský měrný povrch, který dává to-
muto materiálu velký prostor k již zmíněným interakcím. Tato vlákna lze tedy s výhodou využít jako nosiče katalyzátorů nebo bateriové separátory. Díky vysoké chemické stabilitě a tepelné
20 odolnosti je lze použít i pro filtraci v extrémních podmínkách. V kombinaci s polymerními materiály mohou sloužit i jako speciální zdravotnické prostředky, membrány, senzory, extraktivní sorbenty a chromatografické materiály s vysokou adsorpční kapacitou (Keyur, 2008; Shao, 2002; Sawicka, 2006).

25 V současné době je asi nejběžnějším postupem přípravy nanovláken SiO_2 elektrostatické zvlákňování. Zvlákňovat lze sol–gel (Freyer, 2014; He, 2013; Saha, 2013; Shao, 2002; Shao, 2003; Wen, 2010; Wang, 2012; Yamaguchi, 2008), a to buď s přídavkem nosného polymeru (Liu, 2008; Roh, 2008; Wen, 2010) nebo bez něj (Choi, 2003), nebo polymerní roztok s obsahem částic na bázi křemíku (Chen L.–J., 2009; Ji, 2008; Wu, 2014). Výroba SiO_2 vláken ale může být
30 provedena i odstředivým zvlákňováním sol–gelu ve směsi s nosným polymerem (Ren, 2014). Z popsanych směsných vláken lze připravit vlákna čistě z SiO_2 následnou kalcinací, při které za vysokých teplot dojde k odstranění nosného polymeru.

Existují i další metody přípravy křemíkových vláken jako např. syntéza (Jin, 2008; Wang, 2008; Xiao, 2008), "self-assembly" technika (Lai, 2015) či nanášení křemíku na povrch nanovláken následnou povrchovou úpravou předem připravených polymerních vláken (Jia, 2015; Patel, 2009), ty jsou ale z komerčního hlediska zdlouhavé, složité a málo efektivní.

Podle Newsomea a kol. (Newsome, 2014) výše uvedená sol–gel technika zahrnuje hydrolýzu kovového alkoxidu, jako např. tetraethylorthosilikát (TEOS) a, přestože sol–gel může být zvlák-
40 něn i samostatně, je obvykle směřován s polymerem proto, aby bylo dosaženo dostatečného stupně zapletení molekulárních řetězců, které zabráni rozbití polymerního proudu v průběhu elektrostatického zvlákňování. Důležitým poznatkem je, že popsany sol–gel, ať už ve směsi nebo samostatně, může být zvlákněn pouze v určité fázi, a to ani před a ani po sol–gel reakci, přičemž
45 velkou nevýhodou tohoto postupu je přesná kontrola výše uvedené dynamické reakce zvlákňovaného roztoku, a tedy i chemických a fyzikálních vlastností výsledného produktu (Newsome, 2014). Použití TEOS ve zvlákňovacím sol–gel roztoku zpravidla vyžaduje použití etanolu jako rozpouštědla, což do značné míry omezuje průmyslové využití tohoto zvlákňovacího systému.

50 Z tohoto hlediska se jako mnohem zajímavější jeví možnost zvlákňování částic ve směsi s nosným polymerem. Nosným polymerem může být třeba polyvinylalkohol (PVA) (Jin, 2009; Kanehata, 2007), polyetylenoxid (PEO) (Sharma, 2010), polyakrylonitril (PAN) (Ji, 2008; Jung, 2009), polymethylmetakrylát (PMMA) (Chen Y., 2009), polyvinylbutyral (PVB) (Chen L.–J., 2009), polyetylentereftalát (PET) (Ma, 2012), polyvinylidenfluorid (PVDF) (Chinnapan, 2011; Choi, 2003; Rambaud, 2009) a často požívaný je také polyvinylpyrolidon (PVP) (Newsome,
55

2014; Roh, 2008; Wang, 2012; Wu, 2014; Zhao, 2008). Problémem tohoto postupu je potřeba homogenní disperze anorganických částic, které je často možné dosáhnout jen vhodným rozpouštědlem, což často omezuje výběr nosného polymeru na polymery rozpustné ve vodě či alkoholu (Chen L.-J., 2009). Alkoholické roztoky jsou hořlavé, během zvláknování je třeba odpařit velké množství alkoholu, v případě elektrostatického zvláknování, při kterém může snadno dojít k výboji, to přináší nemalá rizika.

Roztok kyseliny křemičité není klasifikován jako nebezpečná látka, což je jeho výhodou oproti TEOS. Vodorozpustné nosné polymery lze úspěšně nahradit i vodou nerozpustnými nosnými polymery, které je ale často třeba rozpouštět v toxických rozpouštědlech, což opět komplikuje případnou průmyslovou výrobu.

Zvláknováním vodorozpustných polymerů s koloidními částicemi křemíku se zabývá hned několik autorů (Jin, 2009; Kanehata, 2007; Sharma, 2010). Kanehata a kol. (Kanehata, 2007), kteří pracovali s různými velikostmi koloidních částic SiO_2 zvlákněnými spolu s vodným roztokem PVA. Maximální obsah křemíku ve vyrobených vláknech byl 57 % hmotn. Zvláknovací roztok byl připraven dispergací nanočástic křemíku ve vodě a tvorbou směsi s 10% vodným roztokem PVA. Dispergace hotových částic oproti použití koloidních roztoků přináší hned několik nevýhod. Především jde o procesní krok navíc, který proto, aby nedošlo k nárůstu viskozity, musí zahrnovat homogenizaci a odplynování, mezi částicemi snadno vznikají aglomeráty a kontrola kvality dispergace je velmi složitá. Také manipulace s nanočásticemi v suchém stavu je velmi problematická a v případě průmyslové výroby jen obtížně realizovatelná. Jin a kol. (Jin, 2009) vytvořil speciální PVA vlákna s "korálkovou strukturou", která jsou zajímavá z hlediska fotoelektrických vlastností. Tyto materiály obsahují až 77 % částic křemíku ve vláknech. Je třeba podotknout, že tento postup přípravy není určen k přípravě křemíkových vláken, vzhledem ke korálkové struktuře vlákna ani nejsou použitelná jako prekurzor pro přípravu čistě křemíkových vláken, protože po odstranění nosného polymeru při kalcinaci by se vlákna rozpadla. Sharma a kol. ve své práci nepřekročil koncentraci 25 % hmotn. koloidních částic SiO_2 v PEO vláknech.

Patentové spisy týkající se produkce nanovláken a submikronových vláken z SiO_2 v dřívějších řeší různé postupy přípravy těchto vláken elektrostatickým zvláknováním roztoků s obsahem TEOS (US 20110049769, US 2015224468, US 2015240411, CN 104056612, US 20120171488, CN 102652903, CN 102674370, CN 101603245, CN 103882624, CN 102826760) nebo tvorbou křemíkové vrstvy na povrchu vláken z karboxymethylcelulózy nebo alginátu (WO 2011112364), či jiných polymerů (CN 104111246, CN 103981634) nebo uhlíkových vláken (RU 2012121044, RU 2516409). Pro tvorbu SiO_2 nanovláken lze využít i koaxiální zvláknování, ve spisu CN 103102067 autoři použili jako nosný polymer PVP. Za zmínku stojí i technika přípravy křemíkových nano a mikrovláken elektrolyzou SiO_2 z roztavených solí (RU 2427526) nebo výroba nanovláken z karbidu křemíku z monokrystalů křemíku, a to při velmi vysokých teplotách (RU 2006117961, RU 2328444, RU 2393112), či produkce vláken z amorfního oxidu křemíku reakcí chrysotilu ve vodném roztoku obsahujícím činidlo řízené uvolňující protony a činidlo komplexující kationty (US 6692715, US 2003044339), ale půjde zřejmě o náročné postupy. Karbidu křemíku se věnují i spisy US 2015211152 a WO 2009038767. CN 102502660 k tvorbě vláken SiO_2 využívá templátovou syntézu, která ale není průmyslově využitelnou metodou tvorby nanovláken.

SiO_2 nanovlákna lze podle spisu CN 102791259 kombinovat s jinými materiály ve formě kompozitu vhodného pro zdravotnické materiály s hemostatickým účinkem a jejich přidavek může významně zlepšit mechanické vlastnosti anorganických povlaků (CN 104177877) nebo zubních kompozitů (CN 103319832). Křemíková nanovlákna mohou být součástí bioaktivních materiálů (CN 102826760) a mohou sloužit i k extrakci chemikálií z organismu (US 2015126712).

Přípravě nanovláken z vodního skla se věnuje patentový spis US 8647557 (také uveden jako KR 20120082857 a KR 20120076997), jehož autoři při přípravě zvláknovacího roztoku použili vodní sklo, ke kterému přidali propanol, hexan, trimethylchlorosilan, aby vytvořili hydrofobní

gel. Nosným polymerem této směsi byl PMMA, případně PAN v dimethylformamidu, 40% obsah křemíku ve vláknech není vysoký. PAN nanovlákná dopovaná SiO_2 nanočásticemi se také vyskytují ve spisech CN 103311523 a CN 103305965. CN 103467896 zase popisuje PTFE nanovlákná dopovaná malým množstvím SiO_2 prášku. Výše uvedená kompozitní nanovlákná zvlákněná z nevodných rozpouštědel vyžadují použití toxických látek, které komplikují případnou průmyslovou výrobu těchto vláken.

Vodný roztok byl použit podle patentového spisu označeného číslem KR 20130075466, který popisuje přípravu PVA nanovláken s obsahem germania a křemíku, ale obsah SiO_2 činil pouze 5 %. PVA nanovlákná s obsahem nanočástic křemíku popisuje spis CN 103022442, nanočástice se připravují vysokoteplotní presintrací a vyvinutý materiál slouží jako prekurzor pro výrobu uhlícto-křemičitého kompozitu.

15 Podstata vynálezu

Nevýhody a nedostatky dosavadního stavu techniky překonávají prekurzorová vlákna určená pro přípravu křemíkových vláken, jejichž podstatou je, že obsah křemíku ve vláknech je 60 až 95 % hmotn., s výhodou 65 až 95 % hmotn. v sušině, výhodněji 75 až 95 % hmotn. v sušině. Dále obsahují alespoň jeden nosný polymer, který je s výhodou vybraný ze skupiny zahrnující polyvinylalkohol, kyselinu polyakrylovou, polyethylenoxid, polyvinylpyrolidon. Prekurzorová vlákna podle vynálezu s výhodou obsahují jeden nosný polymer.

Termínem "nosný polymer" se rozumí polymer, který lze zvláknit elektrostaticky nebo odstředivým zvlákněním a který je rozpustný ve vodném roztoku soli kyseliny křemičité.

Průměr prekurzorových vláken podle vynálezu je v rozsahu 50 až 5000 nm, s výhodou 50 až 3000 nm, výhodněji 100 až 3000 nm.

Z hlediska průmyslové výroby je použití vodných roztoků mnohem praktičtější a také šetrnější vůči životnímu prostředí kvůli nízké toxicitě a malému riziku vzniku požáru během zvláknování.

Proto způsob výroby prekurzorových vláken podle vynálezu probíhá ve vodném prostředí. Podstata tohoto způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že se připraví zvláknovací roztok obsahující vodný roztok soli kyseliny křemičité obecného vzorce $\text{M}_2\text{SiO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, kde M je vybrán ze skupiny obsahující kterýkoliv z iontů alkalických kovů, s výhodou Na^+ , K^+ nebo Li^+ , n je celé číslo v rozsahu od 1 do 8, s výhodou n je 2, a alespoň jeden ve vodném roztoku rozpustný nosný polymer, načež se zvlákni elektrostaticky nebo odstředivým zvlákněním. Zvláknovací roztok se připraví pouhým smísením vodného roztoku nosného polymeru, vodného roztoku soli kyseliny křemičité, s výhodou i pomocné látky. Pomocná látka je účinná pro dosažení vyššího výkonu zvláknovacího procesu. Mezi zvláknovacími roztoky pro elektrostatické zvláknování a odstředivé zvláknování je nepatrný rozdíl ve složení daný potřebou zpracovávat viskóznější roztoky v případě odstředivého zvláknování. Výhodou připravených koloidních zvláknovacích roztoků SiO_2 je jejich značná stabilita.

Roztok kyseliny křemičité je levný a netoxický materiál. Zpracování této suroviny do nanovláken, ať už technologií elektrostatického zvláknování nebo technologií odstředivého zvláknování ve směsi s netoxickými vodorozpustnými polymery, umožňuje masovou produkci křemíkových nanovláken s minimálním dopadem na životní prostředí. Díky tomu, že se nepoužívá koncentrovaný ethanol jako rozpouštědlo, výroba nemusí řešit rizika spojená s hořlavostí tohoto rozpouštědla a jeho par.

Další již zmíněnou výhodou popsaného způsobu je vysoký obsah křemíku v prekurzorových vláknech, který snižuje množství nosného polymeru v prekurzorových vláknech, které je nutné

odstranit v procesu kalcinace. Zvyšuje se tak výtěžnost a rychlost tohoto procesu a snižují se tak náklady.

Prekurzorová vlákna připravená elektrostatickým zvlákňováním jsou ve formě plošných textilií, výsledná nanovlákna mají průměr vláken v desítkách až stovkách nanometrů. Prekurzorová vlákna vyrobená odstředivým zvlákňováním mohou být také připravena jako membrána nebo jako objemné vláknenné struktury připomínající vatu, průměr těchto vláken se obvykle pohybuje v rozmezí stovek nanometrů až jednotek mikrometrů. Výsledná křemíková vlákna si po kalcinaci uchovávají strukturu, jakou měla prekurzorová vlákna před kalcinací, ale dochází u nich k mírné redukci průměru vláken a nárůstu pórovitosti, která odpovídá množství nosného polymeru, který je kalcinací odstraněn. Prekurzorová a křemíková vlákna podle vynálezu tedy tvoří vláknenný materiál, který může být ve formě vrstvy nebo objemové vaty.

Možnost zpracovávat zvlákňovací roztoky s obsahem kyseliny křemičité dvěma různými technologiemi přináší také možnost volby mezi různými vláknennými strukturami. Od objemných struktur (objemové vaty) získaných odstředivým zvlákňováním po struktury plošné (vrstvy). Plošné struktury lze připravit jak odstředivým zvlákňováním, tak i zvlákňováním elektrostatickým. Materiály vyrobené uvedenými technologiemi se vzájemně liší také průměrem vláken, což dává možnost volby konkrétních parametrů podle specifických potřeb cílového produktu. Případná kombinace materiálů získaných těmito různými technologiemi ještě rozšiřuje širokou škálu vlastností, jichž je možné dosáhnout.

Podle výhodného provedení vynálezu je molekulová hmotnost nosného polymeru v rozmezí 2×10^3 až 5×10^6 g/mol, s výhodou 2×10^4 až $1,1 \times 10^6$ g/mol, výhodněji 2×10^5 až $1,1 \times 10^6$ g/mol, přičemž nosný polymer je vybrán ze skupiny zahrnující polyvinylalkohol, kyselinu polyakrylovou, polyethylenoxid, polyvinylpyrolidon. Molekulová hmotnost polyvinylalkoholu je s výhodou v rozsahu 2×10^4 až $1,5 \times 10^5$ g/mol.

Podle dalšího výhodného provedení vynálezu je sůl kyseliny křemičité ve zvlákňovacím roztoku ve formě koloidních částic nebo nanočástic. Její hmotnostní poměr vůči nosnému polymeru ve zvlákňovacím roztoku je v rozsahu 60/40 až 95/5. K tvorbě prekurzorového vlákna dochází při teplotě 15 °C až 35 °C, s výhodou 20 °C až 30 °C. Zvlákňovací roztok může dále obsahovat alespoň jednu pomocnou látku vybranou ze skupiny zahrnující etanol, n-butanol, izopropylalkohol, kyselinu mravenčí, kyselinu octovou, kyselinu chlorovodíkovou, kyselinu mléčnou, kyselinu šťavelovou. Obsah pomocné látky ve zvlákňovacím roztoku je s výhodou v rozsahu 2 až 10 % hmotn.

Podle dalšího provedení vynálezu se prekurzorová vlákna definovaná výše modifikují pomocí kalcinace při teplotě 300 až 1400 °C, s výhodou 450 až 700 °C; po dobu 30 až 240 minut, s výhodou 60 až 180 minut; přičemž rychlost ohřevu je 0,5 až 20 °C/min, s výhodou 1 až 10 °C/min., načež vzniknou křemíková vlákna s obsahem křemíku 100 % hmotn..

Křemíková vlákna podle vynálezu jsou tedy vyrobená z prekurzorových vláken vyrobených způsobem, jak je definován výše, načež se prekurzorová vlákna podle vynálezu modifikují kalcinací způsobem podle vynálezu, jak je definován výše. Průměr křemíkových vláken podle vynálezu je v případě elektrostaticky zvlákněných vláken v rozsahu 30 až 1000 nm, s výhodou 30 až 200 nm, výhodněji 30 až 150 nm, a v případě odstředivě zvlákněných vláken v rozsahu 100 až 4000 nm, s výhodou 200 až 2000 nm, výhodněji 200 až 800 nm.

Vysoký obsah křemíku v prekurzorových vláknech činí způsob výroby křemíkových vláken efektivnějším.

Prekurzorová vlákna nebo křemíková vlákna podle vynálezu je možné použít v chemii, při filtraci, v energetice nebo medicíně.

S výhodou se vlákna podle vynálezu mohou použít při výrobě filtrů, krytů ran, nosičů léčiv. Dále se mohou díky velkému měrnému povrchu a značné porozitě použít jako sorbenty např. pro sorpci vody nebo nosiče katalyzátorů, např. platiny.

5

Objasnění výkresů

Obr. 1 – SEM PVA nanovláken s 65% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

10 Obr. 2 – SEM prekurzorových PVA nanovláken s 65% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech a přídavkem ethanolu do zvlákňovacího roztoku činícím 10 % hmotn. ve výsledném zvlákňovacím roztoku, vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování.

15 Obr. 3 – SEM prekurzorových PVA nanovláken s 65 % hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech a přídavkem kyseliny octové do zvlákňovacího roztoku činícím 10 % hmotn. ve výsledném zvlákňovacím roztoku, vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování.

Obr. 4 – SEM prekurzorových PVA nanovláken s 65 % hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech a přídavkem kyseliny mravenčí do zvlákňovacího roztoku činícím 10 % hmotn. ve výsledném zvlákňovacím roztoku, vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování.

20 Obr. 5 – SEM PVA nanovláken s 82% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování a přídavkem kyseliny octové činícím 10 % hmotn. ve výsledném zvlákňovacím roztoku a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

Obr. 6 – SEM PEO nanovláken s 67% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

25 Obr. 7 – SEM PEO nanovláken s 92% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

Obr. 8 – SEM prekurzorových PAA nanovláken s 60% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech a přídavkem kyseliny octové do zvlákňovacího roztoku činícím 2 % hmotn. ve výsledném zvlákňovacím roztoku, vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování.

30 Obr. 9 – SEM prekurzorových PVA submikronových vláken se 76% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech a přídavkem kyseliny octové do zvlákňovacího roztoku činícím 10 % hmotn. ve výsledném zvlákňovacím roztoku, vyrobených technologií odstředivého zvlákňování.

Obr. 10 – SEM prekurzorových PVA submikronových vláken se 76% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech a přídavkem kyseliny mravenčí do zvlákňovacího roztoku činícím 10 % hmotn. ve výsledném zvlákňovacím roztoku, vyrobených technologií odstředivého zvlákňování.

35 Obr. 11 – SEM PEO submikronových vláken s 60% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií odstředivého zvlákňování a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

Obr. 12 – SEM PEO prekurzorových submikronových vláken s 90% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií odstředivého zvlákňování.

40 Obr. 13 – SEM prekurzorových PAA submikronových vláken s 60% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech a přídavkem kyseliny mravenčí do zvlákňovacího roztoku činícím 2 % hmotn. ve výsledném zvlákňovacím roztoku, vyrobených technologií odstředivého zvlákňování.

Obr. 14 – SEM PVA nanovláken s 60% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování z lithné soli kyseliny křemičité a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

45 Obr. 15 – SEM PVA nanovláken vláken s 60% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování z draselné soli kyseliny křemičité a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

Obr. 16 – SEM PVA submikronových vláken s 60% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií odstředivého zvlákňování z lithné soli kyseliny křemičité a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

5 Obr. 17 – SEM PVA submikronových vláken s 60% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií odstředivého zvlákňování z draselné soli kyseliny křemičité a) před kalcinací a b) po kalcinaci.

Obr. 18 – SEM prekurzorových PVA nanovláken s 82% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií elektrostatického zvlákňování.

10 Obr. 19 – SEM PVA submikronových vláken s 60% hmotnostním obsahem SiO_2 ve vláknech vyrobených technologií odstředivého zvlákňování a) před kalcinací, b) po kalcinaci při 500 °C, c) po kalcinaci při 700 °C.

Příklady proudění vynálezu

15

Příklad 1

20 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (16% roztok, Sloviol®, Novácké chemické závody) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	81,9
Proud [mA]:	0,03 až 0,07
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20 až 28
Vlhkost [% RH]	25 až 35
Rychlost posunu textilie [mm/min]	40 až 100
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,7

25

30 Vyrobená prekurzorová nanovláknna mají průměr vláken v rozsahu 50 až 200 nm a obsah křemíku 65 % hmotn. Výrobnost procesu na laboratorním zařízení byla 0,101 g prekurzorových vláken za 10 min. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 1. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 30 až 150 nm.

Příklad 2

35

40 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (16% roztok, Sloviol®, Novácké chemické závody) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1. Do roztoku byl přidán etanol, který byl ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupen v množství 10 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	81,9
Proud [mA]:	0,03 až 0,07
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20 až 28
Vlhkost [% RH]	25 až 35
Rychlost posunu textilie [mm/min]	40 až 100
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,7

- 5 Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 100 až 250 nm a obsah křemíku 65 % hmotn. Výrobnost procesu na laboratorním zařízení byla 0,484 g vláken za 10 min. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 2. Přídavek ethanolu zvýšil výrobnost procesu téměř pětinasobně oproti výkonu procesu roztoku bez pomocné látky uvedené v příkladu 1.

Příklad 3

- 15 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (16% roztok, Sloviol®, Novácké chemické závody) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1. Do roztoku byla přidána 75 % kyselina octová, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 10 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	81,9
Proud [mA]:	0,03 až 0,07
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20 až 28
Vlhkost [% RH]	25 až 35
Rychlost posunu textilie [mm/min]	40 až 100
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,7

- 25 Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 50 až 200 nm a obsah křemíku 65 % hmotn. Výrobnost procesu na laboratorním zařízení byla 0,697 g vláken za 10 min. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 3. Přídavek kyseliny octové zvýšil výrobnost procesu téměř sedminásobně oproti výkonu procesu roztoku bez pomocné látky uvedené v příkladu 1.

Příklad 4

- 35 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (16% roztok, Sloviol®, Novácké chemické závody) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1. Do roztoku byla přidána 98% kyselina mravenčí, která

byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 10 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

5

Napětí [kV]:	81,9
Proud [mA]:	0,03 až 0,07
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20 až 28
Vlhkost [% RH]	25 až 35
Rychlost posunu textilie [mm/min]	40 až 100
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,7

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 50 až 250 nm a obsah křemíku 65 % hmotn. Výrobnost procesu na laboratorním zařízení byla 0,583 g vláken za 10 min. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 4. Přídavek kyseliny octové zvýšil výrobnost procesu téměř šestinásobně oproti výkonu procesu roztoku bez pomocné látky uvedené v příkladu 1.

15

Příklad 5

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (20% roztok, Poval 18–88, Kuraray) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:3,2. Do roztoku byla přidána 75% kyselina octová, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 10 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

25

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	81,9
Proud [mA]:	0,03 až 0,07
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20 až 28
Vlhkost [% RH]	25 až 35
Rychlost posunu textilie [mm/min]	40 až 100
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,7

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 50 až 150 nm a obsah křemíku 82 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 5. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 30 až 120 nm.

30

Příklad 6

35

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PEO (5% roztok, Mw 400.000 g/mol, Scientific Polymer Products) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné

solí kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 3:1. Do takto připraveného roztoku byl přidán ethanol, který byl ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupen v množství 10 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

5 Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	45
Proud [mA]:	0,03
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20
Vlhkost [% RH]	42
Rychlost posunu textilie [mm/min]	70
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,5

10 Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 100 až 300 nm a obsah křemíku 67 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 6. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 70 až 200 nm.

15 Příklad 7

20 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PEO (5% roztok, Mw 900.000 g/mol, Scientific Polymer Products) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:2. Do takto připraveného roztoku byl přidán ethanol, který byl ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupen v množství 10 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	45
Proud [mA]:	0,03
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20
Vlhkost [% RH]	42
Rychlost posunu textilie [mm/min]	70
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,5

25

30 Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 200 až 800 nm a obsah křemíku 92 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 7. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 150 až 600 nm.

Příklad 8

35 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PAA (25% roztok, Mw 250 000 g/mol, Scientific Polymer Products) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1,5. Do takto připraveného roztoku byla přidána

kyselina octová, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 2 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

5

Napětí [kV]:	45
Proud [mA]:	0,03
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20
Vlhkost [% RH]	42
Rychlost posunu textilie [mm/min]	70
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,5

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 100 až 300 nm a obsah křemíku 60 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 8.

10

Příklad 9

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (20% roztok, Poval 18–88, Kuraray) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:3,2. Do roztoku byla přidána 75% kyselina octová, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 10 % hmotn. Odstředivé zvlákňování probíhalo na prototypu velkokapacitního laboratorního zařízení pro odstředivé zvlákňování, při teplotě 20,2 °C a vlhkosti 26,8%RH. Rychlost otáčení spinnerety byla 8000 ot/min.

20

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 300 až 800 nm a obsah křemíku 76 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 9.

25

Příklad 10

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (20% roztok, Poval 18–88, Kuraray) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:3,2. Do roztoku byla přidána 98% kyselina mravenčí, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 10 % hmotn. Odstředivé zvlákňování probíhalo na prototypu velkokapacitního laboratorního zařízení pro odstředivé zvlákňování, při teplotě 20,2 °C vlhkosti 26,8%RH. Rychlost otáčení spinnerety byla 8000 ot/min.

35

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 300 až 1000 nm a obsah křemíku 76 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 10.

40

Příklad 11

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PEO (5% roztok, Mw 400 000 g/mol, Scientific Polymer Products) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 3:1. Do roztoku byl přidán ethanol, který byl ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupen v množství 10 % hmotn. Odstředivé zvlákňování pro-

45

bíhalo na prototypu velkokapacitního laboratorního zařízení pro odstředivé zvlákňování, při teplotě 32 °C a vlhkosti 22%RH. Rychlost otáčení spinnerety byla 4000 ot/min.

- 5 Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 1000 až 5000 nm a obsah křemíku 60 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímek vyrobeného vzorku je na Obr. 11. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 800 až 3000 nm.

10 Příklad 12

- 15 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PEO (5% roztok, Mw 900 000 g/mol, Scientific Polymer Products) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 2:3. Do roztoku byl přidán ethanol, který byl ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupen v množství 10 % hmotn. Odstředivé zvlákňování probíhalo na prototypu velkokapacitního laboratorního zařízení pro odstředivé zvlákňování, při teplotě 22 °C a vlhkosti 54%RH. Rychlost otáčení spinnerety byla 4000 ot/min.

- 20 Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 1000 až 5000 nm a obsah křemíku 90 hmotn. %. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 70 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímek vyrobeného vzorku je na Obr. 12.

25 Příklad 13

- 25 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PAA (25% roztok, Mw 1 080 000 g/mol, Acros Organics) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1,5. Do takto připraveného roztoku byla přidána kyselina octová, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 2 % hmotn. Odstředivé zvlákňování probíhalo na prototypu velkokapacitního laboratorního zařízení pro odstředivé zvlákňování, při teplotě 32 °C a vlhkosti 22%RH. Rychlost otáčení spinnerety byla 8000 ot/min.

- 35 Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 100 až 1000 nm a obsah křemíku 60 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímek vyrobeného vzorku je na Obr. 13.

40 Příklad 14

- 40 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (16% roztok, Sloviol®, Novácké chemické závody) a předem připraveného 30% vodného roztoku lithné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1. Do roztoku byla přidána 98% kyselina mravenčí, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 2 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	81,9
Proud [mA]:	0,03 až 0,07
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20 až 28
Vlhkost [% RH]	25 až 35
Rychlost posunu textilie [mm/min]	40 až 100
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,7

5 Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 50 až 200 nm a obsah křemíku 65 % hmotn. Výrobnost procesu na laboratorním zařízení byla 0,101 g prekurzorových vláken za 10 min. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 14. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 30 až 150 nm.

10 Příklad 15

15 Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (16% roztok, Sloviol[®], Novácké chemické závody) a předem připraveného 30% vodného roztoku draselné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1. Do roztoku byla přidána 98% kyselina mravenčí, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 2 % hmotn. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	81,9
Proud [mA]:	0,03 až 0,07
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20 až 28
Vlhkost [% RH]	25 až 35
Rychlost posunu textilie [mm/min]	40 až 100
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,7

20

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 50 až 200 nm a obsah křemíku 65 % hmotn. Výrobnost procesu na laboratorním zařízení byla 0,101 g prekurzorových vláken za 10 min. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 14. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 30 až 150 nm.

25

Příklad 16

30

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (20% roztok, Poval 13–88, Kuraray) a předem připraveného 30% vodného roztoku lithné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:3. Do roztoku byla přidána 75% kyselina octová, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 2 % hmotn. Odstředivé zvlákňování probíhalo na prototypu velkokapacitního laboratorního zařízení pro odstředivé zvlákňování, při teplotě 20,2 °C a vlhkosti 26,8%RH. Rychlost otáčení spinnerety byla 9000 ot/min.

35

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 300 až 800 nm a obsah křemíku 66 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 16. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 200 až 600 nm.

5

Příklad 17

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (20% roztok, Poval 13–88, Kuraray) a předem připraveného 30% vodného roztoku draselné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:3. Do roztoku byla přidána 98% kyselina octová, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 2 % hmotn. Odstředivé zvlákňování probíhalo na prototypu velkokapacitního laboratorního zařízení pro odstředivé zvlákňování, při teplotě 20,2 °C a vlhkosti 26,8%RH. Rychlost otáčení spinnerety byla 9000 ot/min.

15

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 300 až 800 nm a obsah křemíku 66 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 17. Průměr vláken po kalcinaci se pohybuje v rozsahu 200 až 600 nm.

20

Příklad 18

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (20% roztok, Poval 18–88, Kuraray) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:3,2. Elektrostatické zvlákňování probíhalo na laboratorním zařízení NS Lab.

25

Podmínky elektrostatického zvlákňování:

Napětí [kV]:	81,9
Proud [mA]:	0,03 až 0,07
Vzdálenost elektrod [cm]:	18 až 24
Teplota [°C]	20 až 28
Vlhkost [% RH]	25 až 35
Rychlost posunu textilie [mm/min]	40 až 100
Rychlost otáčení zvl. elektrody [ot./min]	2,7

30

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 200 až 800 nm a obsah křemíku 82 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 18.

35

Příklad 19

Zvlákňovací roztok byl namíchán z předem připraveného roztoku PVA (18% roztok, Poval 13–88, Kuraray) a předem připraveného 30% vodného roztoku sodné soli kyseliny křemičité v hmotnostním poměru 1:1. Do roztoku byla přidána 98% kyselina mravenčí, která byla ve výsledném zvlákňovacím roztoku zastoupena v množství 2 % hmotn. Odstředivé zvlákňování probíhalo na prototypu velkokapacitního laboratorního zařízení pro odstředivé zvlákňování, při teplotě 26 °C a vlhkosti 25%RH. Rychlost otáčení spinnerety byla 8500 ot/min.

40

45

Vyrobená prekurzorová nanovlákná mají průměr vláken v rozsahu 300 až 1000 nm a obsah křemíku 63 % hmotn. Kalcinace probíhala ve vsádkové peci v prvním případě při teplotě 500 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min a v druhém případě při teplotě 700 °C po dobu 2 hodin, přičemž rychlost ohřevu byla 1 °C/min. SEM snímky vyrobeného vzorku jsou na Obr. 19.

Odkazy

- Freyer, A.; Savage, N.O. Electrospun Silica Nanofiber Mats. *The Science and Function of Nanomaterials: From Synthesis to Application*. January 1, 2014, 139–150. DOI:10.1021/bk-2014-1183.ch008
- He, H.; Wang, J.; Li, X.; Zhang, X.; Weng, W.; Han, G. *Materials Letters* 2013, 94, 100.
- Chen, L.-J.; Liao, J.-D.; Lin, S.-J.; Chuang, Y.-J.; Fu, Y.-S. *Polymer* 2009, 50, 3516.
- Chen, Y.; Zhang, Z.; Yu, J.; Guo, Z. *J. Polym. Sci. B Polym. Phys.* 2009, 47, 1211. Chinnappan, A.; Kang, H.-C.; Kim, H. *Energy* 2011, 36, 755.
- Choi, S. S.; Lee, S. G.; Im, S. S.; Kim, S. H.; Joo, Y. L. *J. Mater. Sci. Lett.* 2003, 22, 891.
- Ji, L.; Saquing, C.; Khan, S. A.; Zhang, X. *Nanotechnology* 2008, 19, 085605.
- Jia, C.; Song, J.; Jin, Y.; Rojas, O.J. *J. Appl. Polym. Sci.* **2015**, 132, 42562.
- Jin, Z.; Wang, X.; Cui, X. *Microporous and Mesoporous Materials* 2008, 108, 183.
- Jin, Y.; Yang, D.; Kang, D.; Jiang, X. *Langmuir* 2010, 26(2), 1186.
- Jung, H.-R.; Ju, D.-H.; Lee, W.-J.; Zhang, X.; Kotek, R. *Electrochimica Acta* 2009, 54, 3630.
- Kanehata, M.; Ding, B.; Shiratori, S. *Nanotechnology* 2007, 18, 315602.
- Keyur, D.; Kit, K.; Li, J. J.; Zivanovic, S. *Biomacromolecules* 2008, 9, 1000.
- Lai, N.-C.; Liou, S.-C.; Huang, W.-C.; Shen, Y.-T.; Chi, C.-C.; Chu, M.-W.; Yang, C.-M. *NPG Asia Materials* 2015, 7, e181, 1.
- Lim, J.; Moon, J. H.; Yi, G.; Heo, C.; Yang, S. *Langmuir* 2006, 22, 3445.
- Liu, Y.; Sagi, S.; Chandrasekar, R.; Zhang, L.; Hedin, N.E.; Fong, H. *J. Nanosci. Nanotechnol.* 2008, 8, 1528.
- Ma, Q.; Mao, B.; Cebe, P. *J Therm Anal Calorim* 2012, 109, 1245.
- Newsome, T.E.; Olesik, S.V. *J. Appl. Polym. Sci.* 2014, 131, 40966.
- Patel, P.A.; Eckart, J.; Advincula, M.C.; Goldberg, A.J.; Mather, P.T. *Polymer* 50 (2009) 1214–1222
- Rambaud, F.; Valle, K.; Thibaud, S.; Julian-Lopez, B. Sanchez, C. *Adv. Funct. Mater.* 2009, 19, 2896.
- Reich, E.; Schibli, A. *High-Performance Thin-Layer Chromatography for the Analysis of Medicinal Plants*; Thieme Medical Publishers: New York, NY, 2007; Chapter 2, p 22.
- Ren, L.; Ozisik, R.; Kotha, S.P. *Journal of Colloid and Interface Science* 2014, 425, 136.
- Roh, S. H.; Lee, Y. A.; Lee, J. W.; Kim, S. I. *J. Nanosci. Nanotechnol.* 2008, 8, 5147.
- Saha, J.; De, G. *Chem. Commun.*, 2013, 49, 6322.
- Sawicka, K. M.; Gouma, P. *J. Nanopart. Res.* 2006, 8, 769.
- Shao, C.; Kim, H.-Y.; Gong, J.; Lee, D.-R. *Nanotechnology* 2002, 13, 635.
- Shao, C.; Kim, H.-Y.; Gong, J.; Bing, D.; Lee, D.-R.; Park, S.-J. *Materials Letters* 2003, 57, 1579.
- Sharma, N.; McKeown, S. J.; Ma, X.; Pochan, D. J.; Cloutier, S. G. *ACS Nano* 2010, 4, 5551.
- Wang, W.; Wang, J.; Sun, P.; Yuan, Z.; Ding, D.; Chen, T. *Materials Letters* 2008, 62, 711.
- Wang, X.; Zhu, J.; Yin, L.; Liu, S.; Zhang, X.; Ao, Y.; Chen H. *J. of Biomed. Mat. Research Part A* 2012, 100A, 12, 3511.
- Wen, S.; Liu, L.; Zhang, L.; Chen, Q.; Zhang, L.; Fong, H. *Mater. Lett.* 2010, 64, 1517.
- Wu, C.; Yuan, W.; Al-Deyab, S.-S.; Zhang, K.-Q. *Appl. Surface Science* 2014, 313, 389.

Xiao, Q.; Wang, J.; Zhou, H.; Sun, P.; Yuan, Z.; Li, B.; Ding, D.; Chen, T. Microporous and Mesoporous Materials 2008, 109, 233.

Yamaguchi, T.; Sakai, S.; Kawakami, K. J. Sol-Gel Sci. Technol. 2008, 48, 350. Zhao, Y.; Wang, H.; Lu, X.; Li, X.; Yang, Y.; Wang, C. Materials Letters 2008, 62, 143.

5

PATENTOVÉ NÁROKY

10

1. Prekurzorové vlákno určené pro přípravu křemíkového vlákna, **vyznačující se tím**, že obsah křemíku ve vlákne je 60 až 95 % hmotn. v sušině, přičemž dále obsahuje alespoň jeden nosný polymer.

15

2. Prekurzorové vlákno podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že obsah křemíku ve vlákne je s výhodou 65 až 95 % hmotn. v sušině, výhodněji 75 až 95 % hmotn. v sušině.

20

3. Prekurzorové vlákno podle nároku 1 nebo nároku 2, **vyznačující se tím**, že průměr vlákna je v rozsahu 50 až 5000 nm, s výhodou 50 až 3000 nm, výhodněji 100 až 3000 nm.

25

4. Prekurzorové vlákno podle kteréhokoliv z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že nosný polymer je vybraný ze skupiny zahrnující polyvinylalkohol, kyselinu polyakrylovou, polyethylenoxid, polyvinylpyrrolidon.

30

5. Způsob výroby prekurzorového vlákna definovaných v kterémkoliv z nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že se připraví zvláknovací roztok obsahující vodný roztok soli kyseliny křemičité obecného vzorce $M_2SiO_3 \cdot nH_2O$, kde M je vybrán ze skupiny obsahující kterýkoliv z iontů alkalických kovů, s výhodou Na^+ , K^+ nebo Li^+ , n je celé číslo v rozsahu od 1 do 8, s výhodou n je 2, a alespoň jeden ve vodném roztoku rozpustný nosný polymer, načež se zvláknovací roztok zvlákni elektrostaticky nebo odstředivým zvláknováním.

35

6. Způsob výroby podle nároku 5, **vyznačující se tím**, že nosný polymer je vybraný ze skupiny zahrnující polyvinylalkohol, kyselinu polyakrylovou, polyethylenoxid, polyvinylpyrrolidon, přičemž jeho molekulová hmotnost je v rozmezí 2×10^3 až 5×10^6 g/mol, s výhodou 2×10^4 až $1,1 \times 10^6$ g/mol, výhodněji 2×10^5 až $1,1 \times 10^6$ g/mol.

40

7. Způsob výroby podle kteréhokoliv z nároků 5 a 6, **vyznačující se tím**, že ve zvláknovacím roztoku je hmotnostní poměr soli kyseliny křemičité vůči nosnému polymeru v rozsahu 60/40 až 95/5.

45

8. Způsob výroby podle kteréhokoliv z nároků 5 až 7, **vyznačující se tím**, že zvláknování probíhá při teplotě 15 °C až 35 °C, s výhodou 20 °C až 30 °C.

50

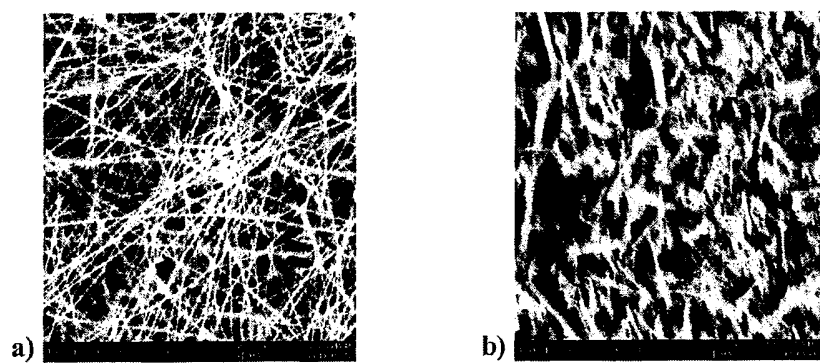
9. Způsob výroby podle kteréhokoliv z nároků 5 až 8, **vyznačující se tím**, že zvláknovací roztok dále obsahuje alespoň jednu pomocnou látku vybranou ze skupiny zahrnující etanol, izopropylalkohol, n-butanol, kyselinu mravenčí, kyselinu octovou, kyselinu chlorovodíkovou, kyselinu mléčnou, kyselinu šťavelovou.

10. Způsob výroby podle nároku 9, **vyznačující se tím**, že obsah pomocné látky ve zvláknovacím roztoku je v rozsahu 2 až 10 % hmotn..

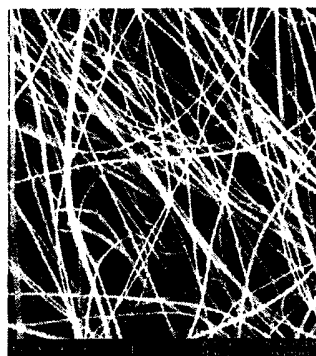
11. Způsob výroby podle kteréhokoliv z nároků 5 až 10, **vyznačující se tím**, že ve zvláknovacím roztoku je sůl kyseliny křemičité ve formě koloidních částic nebo nanočástic.

- 5 **12.** Způsob modifikace prekurzorového vlákna definovaného podle kteréhokoliv z nároků 1 až 4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že prekurzorové vlákno je kalcinováno při teplotě 300 až 1400 °C, s výhodou 450 až 700 °C; po dobu 30 až 240 minut, s výhodou 60 až 180 minut; přičemž rychlost ohřevu je 0,5 až 20 °C/min, s výhodou 1 až 10 °C/min., za vzniku křemíkového vlákna s obsahem křemíku 100 % hmotn.
- 10 **13.** Použití prekurzorového vlákna podle kteréhokoliv z nároků 1 až 4 nebo křemíkového vlákna vyrobeného způsobem definovaným v nároku 12 jako materiálu v chemii, filtraci, energetice nebo medicíně.
- 15 **14.** Použití vlákna podle nároku 13 jako sorbentu nebo katalyzátoru.
- 15.** Použití vlákna podle nároku 13 jako materiálu k výrobě filtru, krytu ran nebo nosiče léčiv.

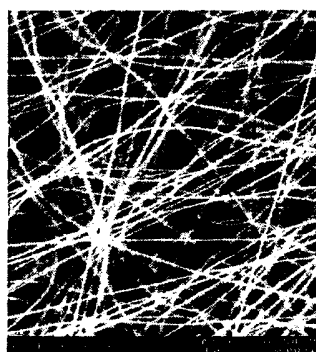
7 výkresů



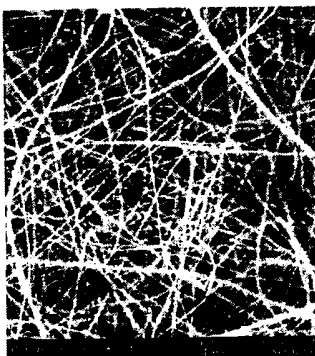
Obr. 1



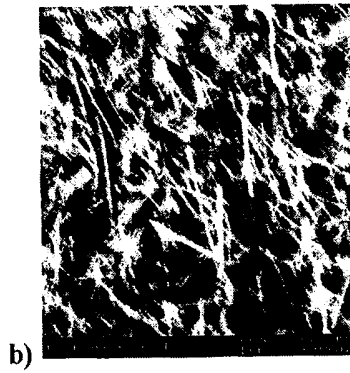
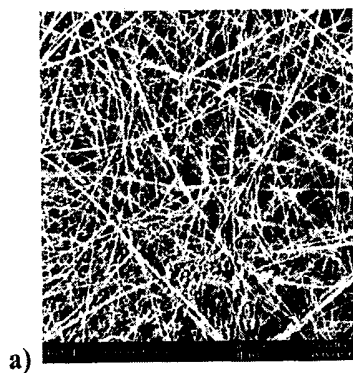
Obr. 2



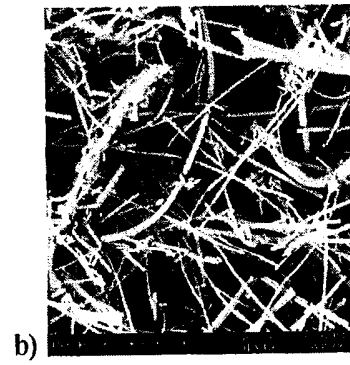
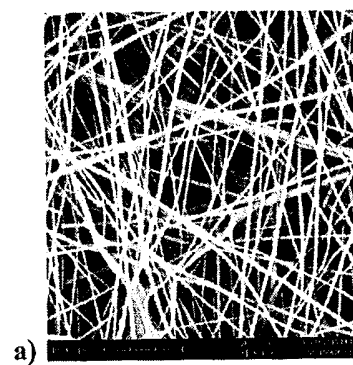
Obr. 3



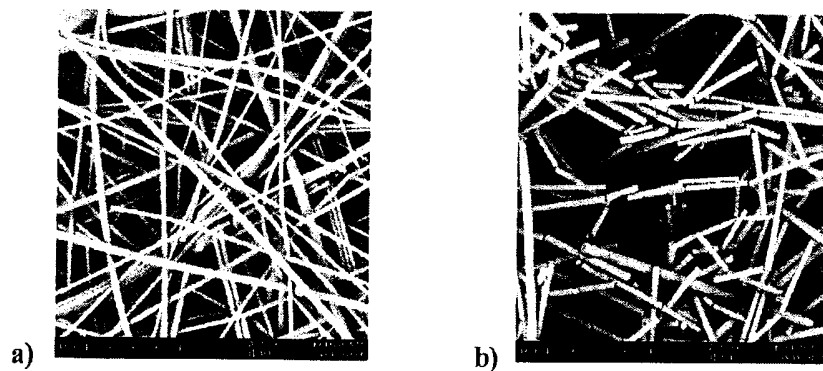
Obr. 4



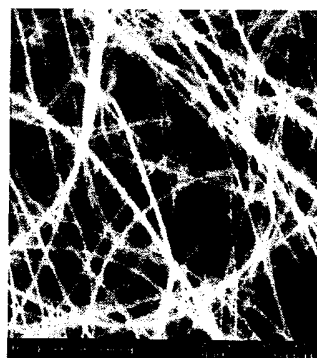
Obr. 5



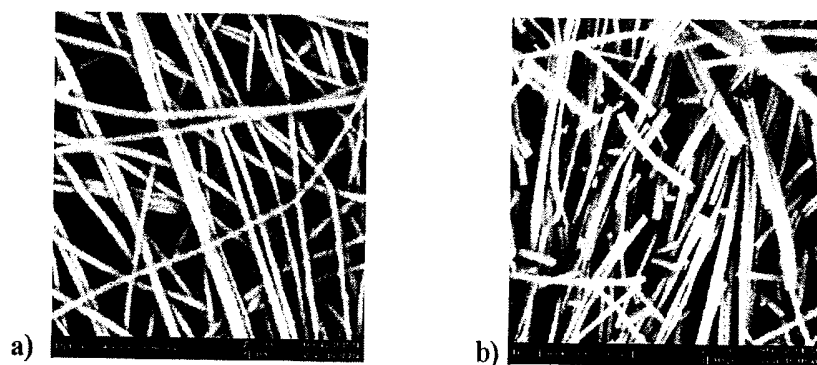
Obr. 6



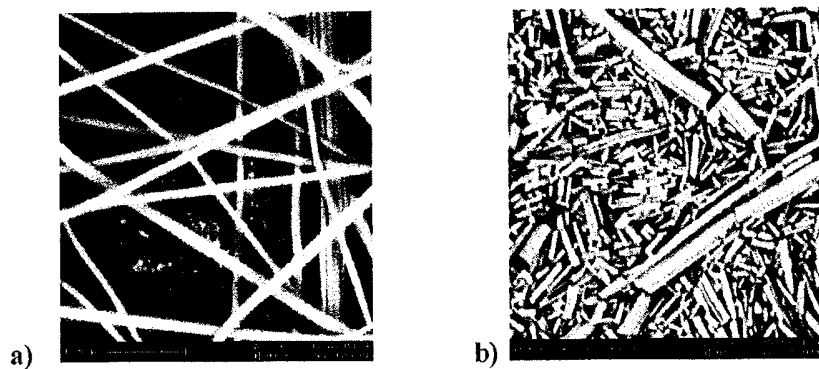
Obr. 7



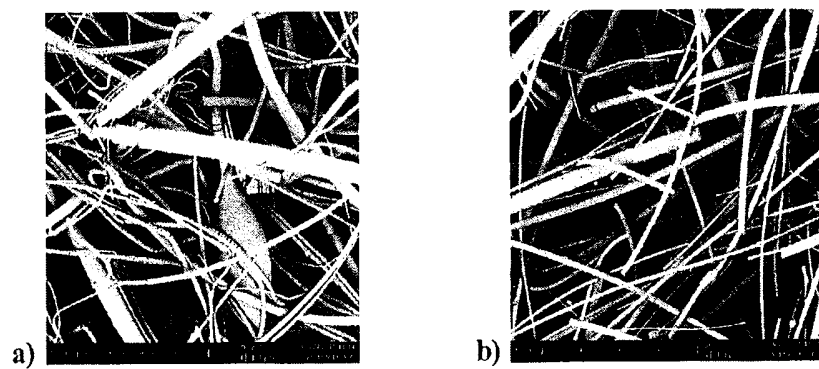
Obr. 8



Obr. 9



Obr. 10



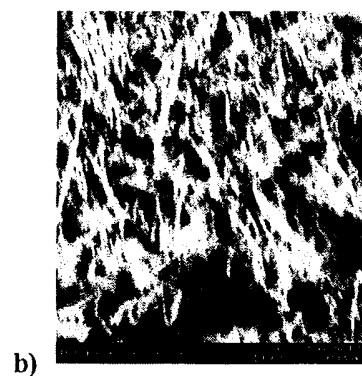
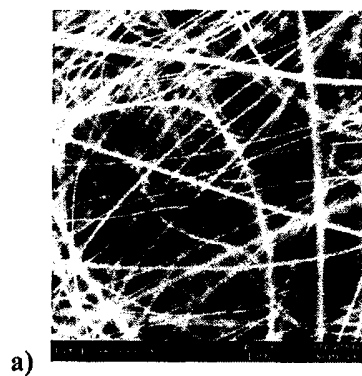
Obr. 11



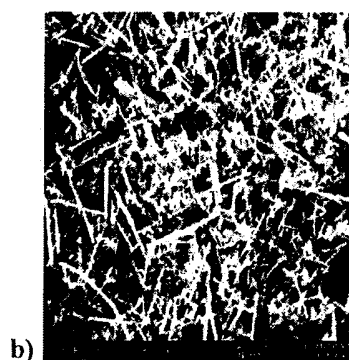
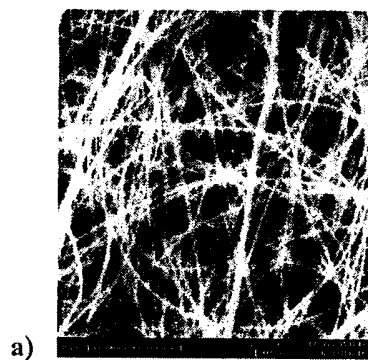
Obr. 12



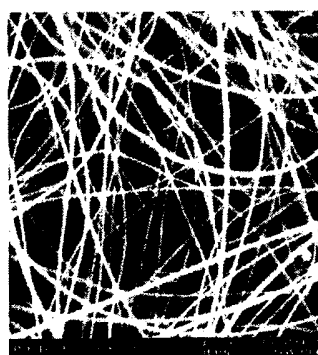
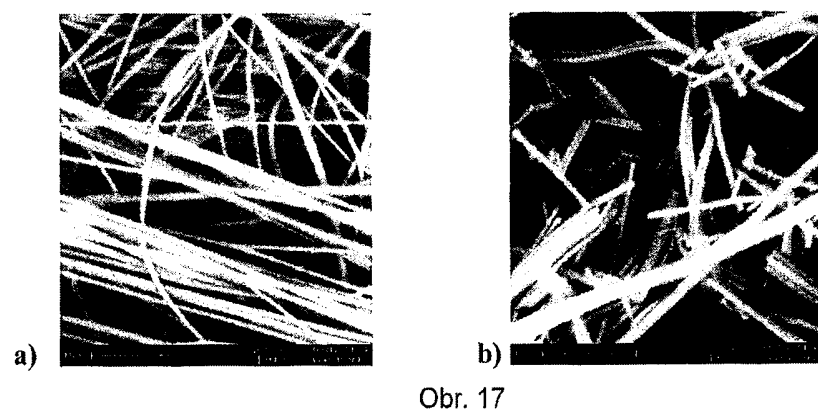
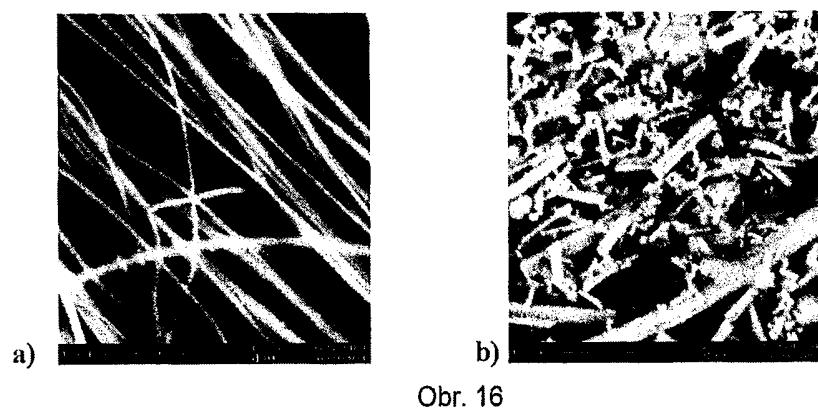
Obr. 13



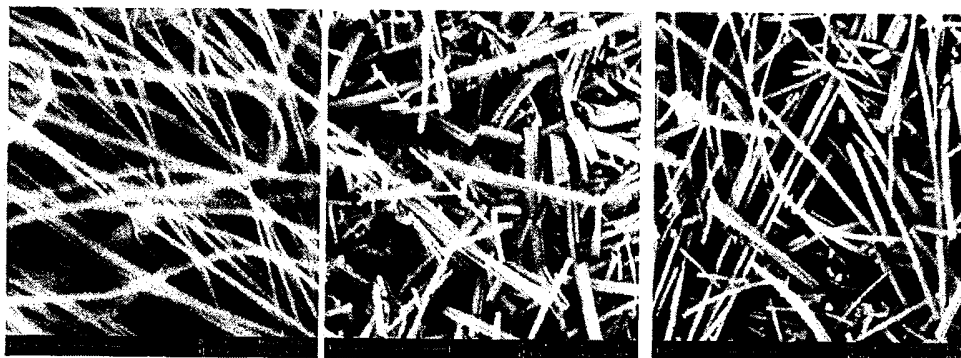
Obr. 14



Obr. 15



Obr. 18



a)

b)

c)

Obr. 19

Konec dokumentu
