



# Karbonizace akrylových vláken

## Diplomová práce

*Studijní program:* N3957 – Průmyslové inženýrství  
*Studijní obor:* 3901T073 – Produktové inženýrství

*Autor práce:* **Bc. Simona Jarošová**  
*Vedoucí práce:* prof. Ing. Jakub Wiener, Ph.D.



# Carbonization of acrylic fibers

## Master thesis

*Study programme:* N3957 – Industrial Engineering  
*Study branch:* 3901T073 – Product Engineering

*Author:* **Bc. Simona Jarošová**  
*Supervisor:* prof. Ing. Jakub Wiener, Ph.D.

Technická univerzita v Liberci  
Fakulta textilní  
Akademický rok: 2016/2017

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Simona Jarošová**  
Osobní číslo: **T17000386**  
Studijní program: **N3957 Průmyslové inženýrství**  
Studijní obor: **Produktové inženýrství**  
Název tématu: **Karbonizace akrylových vláken**  
Zadávací katedra: **Katedra hodnocení textilií**

### Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

- 1) Proveďte rešerši na téma diplomové práce
- 2) Navrhněte a ověřte postup stabilizace vláken před procesem karbonizace
- 3) Akrylová vlákna karbonizujte standardním postupem, sledujte změny vláken
- 4) Pokuste se navrhnout a realizovat alternativní postup karbonizace akrylových vláken, přičemž využijte tavenin solí k ochraně vláken
- 5) Diskutujte možnosti využití alternativního postupu karbonizace v průmyslových podmínkách

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy: 50 - 60 stran

Forma zpracování diplomové práce: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury:

- 1) SMÍŠEK, Milan, ČERNÝ, Slavoj, Aktivní uhlí. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1964.
- 2) GRÉGR, Jan, Uhlíková vlákna. Liberec: TUL FP KCH, 2002

Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Jakub Wiener, Ph.D.

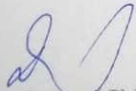
Katedra materiálového inženýrství

Konzultant diplomové práce: Ing. Marie Kašparová

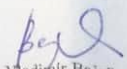
Katedra materiálového inženýrství

Datum zadání diplomové práce: 29. března 2017

Termín odevzdání diplomové práce: 4. května 2018

  
Ing. Jana Drašarová, Ph.D.  
děkanka



  
doc. Ing. Vladimír Bajzík, Ph.D.  
vedoucí katedry

V Liberci dne 28. března 2018

## Žádost o změnu termínu odevzdání závěrečné práce

Jméno a příjmení: SIMONA JAROŠOVÁ

Osobní číslo: T17000386

Studijní program: PRODUKTOVÉ INŽENÝRSTVÍ

Studijní obor: PRŮMYSLOVÉ INŽENÝRSTVÍ

Zadávací katedra: KHT


Žádám o změnu termínu odevzdání závěrečné práce z 4.5.2018 na 7.12.2018 .

Odůvodnění žádosti: RODINNÉ PŮVODY


V LIBERCI dne 2.5.2018

Podpis: Jarošová

Vyjádření vedoucího práce:

SOUHLASÍ  


Vyjádření vedoucího katedry:

Saukhan  




## Prohlášení

Byla jsem seznámena s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědoma povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tom-to případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracovala samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum: 7.12.2018

Podpis: Jarošová

## **PODĚKOVÁNÍ**

Především bych chtěla poděkovat vedoucímu mé práce prof. Ing. Jakub Wiener, Ph.D. za poskytnuté vzorky, potřebné rady a připomínky.

V neposlední řadě bych chtěla poděkovat všem, kteří mě při psaní práce podporovali.

## **ANOTACE**

V diplomové práci je testována karbonizace vláken v prostředí roztavených solí. Největší pozornost je věnována vláknům na bázi polyakrylonitrilu. V práci jsou optimalizovány postupy stabilizace před samotnou karbonizací. Pro vyhodnocení byla použita infračervená analýza a sorpce barviva.

### **KLÍČOVÁ SLOVA:**

Karbonizace, stabilizace, polyakrylonitril, taveniny solí

## **ANNOTATION**

In the diploma thesis, the carbonization of the fibers in the molten salt environment is tested. The most attention is paid to polyacrylonitrile-based fibers. Optimized stabilization procedures before carbonization are optimized. Infrared and dye sorption were used for evaluation.

### **KEY WORDS:**

Carbonization, stabilization, polyacrylonitrile, salt melts



## **OBSAH:**

ÚVOD .....	12
1 UHLÍK.....	13
1.1 Modifikace uhlíku.....	13
1.1.1 Grafit .....	13
1.1.2 Grafen.....	14
1.1.3 Diamant .....	15
1.1.4 Lonsdaleit.....	15
1.1.5 Fulleren .....	16
2. KARBONIZACE .....	17
2.1 Postup výroby uhlíkových vláken z PAN.....	18
2.2 Rozdělení uhlíkových vláken.....	19
2.3 Použití uhlíkových vláken .....	20
2.4 Vlastnosti uhlíkových vláken.....	22
2.5 Výroba aktivního uhlí .....	23
2.5.1 Podrobnější vytváření pórovité struktury aktivního uhlí karbonizací a aktivací .....	23
2.5.1.1 Výroba aktivního uhlí karbonizací uhlíkatého materiálu za přísady aktivačních činidel- aktivace chemická .....	24
2.5.1.2 Výroba aktivního uhlí aktivací karbonizovaného poloproduktu plynnými činnidly-aktivace fyzikální .....	26
2.6 Druhy aktivního uhlí.....	26
2.7 Adsorpce na aktivním uhlí .....	27
2.7.1 Adsorpce z plynné fáze .....	27
2.7.2 Adsorpce z kapalné fáze.....	28
3. PREKURZORY PRO VÝROBU UHLÍKU .....	29
3.1 Polyakrylonitril .....	29
3.1.1 Vlastnosti PAN.....	29
3.1.2 Chování PAN za vysokých teplot: .....	30
3.1.3 Výhody a nevýhody PAN: .....	30
3.2 Kevlar.....	31
3.3 Viskóza.....	31
3.4 Bavlna.....	32
EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....	34

4.	POPIS VZORKŮ.....	34
5.	PRVNÍ ČÁST EXPERIMENTU.....	37
	Průběh experimentu.....	37
	Popis tkanin:.....	37
	Stabilizace PAN v sušárně .....	37
	Parametry použitých solí .....	38
	Laboratorní pec.....	40
6.	DRUHÁ ČÁST EXPERIMENTU .....	43
7.	FINÁLNÍ EXPERIMENT .....	46
8.	ZHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ EXPERIMENTU .....	52
	ZÁVĚR .....	77

### **Použité symboly**

KCl	chlorid draselný
NaCl	chlorid sodný
např.	například
obr.	obrázek
PAN	polyakrylonitril
př.	příklad
tj.	to je
$t_m$	teplota tání [°C]
tzv.	takzvaný
ZnCl <sub>2</sub>	chlorid zinečnatý

# ÚVOD

Uhlík je základním prvkem biosféry, je obsažený v rostlinách a živých organismech. V přírodě se uhlík vyskytuje ve vzduchu jako oxid uhličitý, v horninách, ropě, uhlí a zemním plynu.

Stále ještě poměrně vysoká cena uhlíkových vláken směřuje jejich aplikace na obory, v kterých tento handicap tolik neškodí. Největší odběratelem je letecký a kosmický průmysl, ale uhlíková vlákna nachází velké uplatnění také v mnoha jiných oborech jako je strojírenství, stavebnictví, automobilový průmysl, ale i medicína.

Diplomová práce je zaměřena především na akryl, který je ideální prekurzor pro výrobu uhlíku. Cílem bylo zjednodušit postup karbonizace za použití směsi solí.

V teoretické části této diplomové práce jsou popsány jednotlivé modifikace uhlíku. Poté je popsán standartní postup karbonizace akrylových vláken, výroba aktivního uhlí a vhodné prekurzory na výrobu uhlíku.

Experimentální část je věnována optimalizaci postupu stabilizace vláken před procesem karbonizace. Dalším krokem je návrh a realizace alternativního postupu karbonizace akrylových vláken za použití tavenin solí k ochraně vláken. V závěru práce bude vyhodnocen alternativní postup karbonizace a zjištěna sorpce vytvořeného uhlíku.

# TEORETICKÁ ČÁST

## 1 Uhlík

Uhlík byl znám už ve starověku (ve formě dřevěného uhlí a sazí), jako prvek je ale uznáván až od poloviny 18. století. [1]

Uhlík je šestým prvkem periodické tabulky. Má relativní atomovou hmotnost  $12 \text{ g.mol}^{-1}$ . V přírodě se vyskytuje ve formě dvou stabilních izotopů. [2]

Uhlík je kyselinotvorný prvek, výhradně nekovové povahy. K sousedním atomům se obvykle váže kovalentní vazbou, je však schopen vázat se s elektropozitivními i elektronegativními prvky. Atomy uhlíku mohou tvořit jednoduché, dvojné i trojné vazby. Ve sloučenině je schopen tvořit řetězce neomezené délky. Řetězce mohou být lineární, rozvětvené nebo cyklické. [3]

V přírodě se vyskytuje jako volný (grafit a diamant), tak vázaný (např. v oxidu uhličitém). Je hlavní stavební jednotkou veškeré živé hmoty. [4]

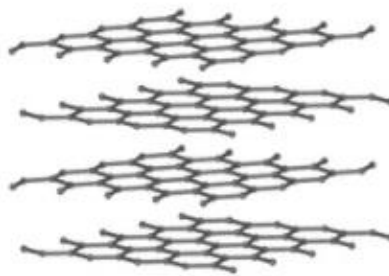
V technické praxi se setkáváme s několika dalšími speciálními materiály. Jsou známé i jiné alotropy uhlíku a to fullereny. [5]

### 1.1 Modifikace uhlíku

Uhlík se vyskytuje v různých alotropických modifikacích, tj. v různých strukturálních formách. K nejznámějším modifikacím uhlíku patří grafit a diamant.

#### 1.1.1 Grafit

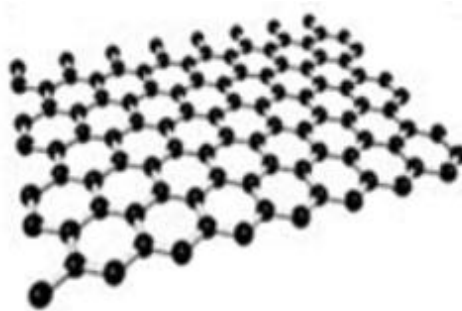
Grafit (tuha) je charakteristický vrstevnatou strukturou. Každá vrstva je tvořena uspořádanými šestiúhelníky. Jednotlivé vrstvy jsou mezi sebou jen slabě vázané, proto je grafit měkký a vrstvy se po sobě lehce posouvají. Této vlastnosti se využívá při výrobě tužek. [6]



Obrázek č. 1 - Vnitřní struktura grafitu [7]

### 1.1.2 Grafen

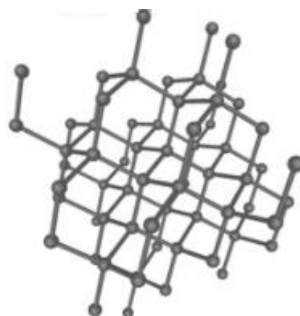
Podobná forma uspořádání uhlíku jako grafit, ale pouze v jedné vrstvě atomu, je známa jako grafen. Grafen je v současné době nejtenčí a nejpevnější známý materiál na světě. Monovrstva grafenu je velmi dobrý elektrický vodič, jehož vodivost lze v rozmezí vodič - izolant měnit dopováním vodíku. Grafenová dvouvrstva se chová jako polovodič. Grafen lze dělit podle počtu vrstev, pokud grafen obsahuje více než 10 vrstev, nazýváme je grafitem. [8, 9]



Obrázek č. 2 - Vnitřní struktura plátu grafénu [10]

### 1.1.3 Diamant

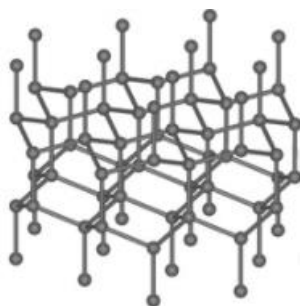
Diamant je nejtvrdějším a velmi cenným přírodním nerostem. Má nejtvrděší strukturu, každý atom uhlíku je poután se čtyřmi sousedními atomy. Diamant má nejvyšší tepelnou vodivost (5x vyšší než je u mědi). Díky své tvrdosti je používán k výrobě nejrůznějších řezných a vrtných nástrojů, které se díky jeho výtečné tepelné vodivosti nepřehřívají. [6]



Obrázek č. 3 - Vnitřní struktura diamantu [7]

### 1.1.4 Lonsdaleit

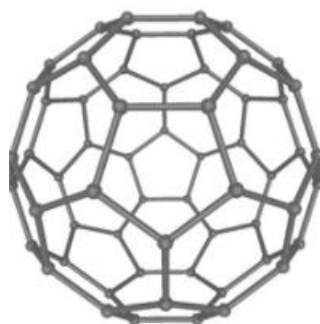
Šesterečný diamant zvaný lonsdaleit se vyskytuje velmi ojediněle. Jeho krystalová struktura je vytvořena podobně jako u diamantu, ale má šestiúhelníkovou krystalickou síť. Atomy uhlíku jsou vázanými jednoduchými kovalentními vazbami se čtyřmi sousedními atomy, krystalová soustava je však šesterečná. [11]



Obrázek č. 4 – Vnitřní struktura lonsdaleitu [7]

### 1.1.5 Fulleren

Jedná se o uměle připravenou modifikaci uhlíku. Fulleren je látka, kterou tvoří klastry (mnohostěny víceméně kulového tvaru). Jsou to molekuly složené z dvaceti a více atomů uhlíku, přičemž atomy jsou umístěny na vrcholech mnohostěňů. Tyto molekuly jsou mimořádně odolné vůči vnějším fyzikálním vlivům. Fullereny vznikají v elektrickém oblouku mezi grafitovými elektrodami, lze je též získat laserovým odpařováním grafitu. Nejdokonalejší kulovitý tvar má s molekulou  $C_{60}$ , kde jsou atomy uhlíku rovnocenné. Využívá se v lékařství na léky s prodlouženou dobou účinku. [1, 12]



Obrázek č. 5 – Vnitřní struktura fullerenu  $C_{60}$  [7]

Tabulka č. 1 – Vlastnosti diamantu, grafitu a fullerenu  $C_{60}$  [1]

	diamant	grafit	Fulleren- $C_{60}$
vzhled krystalů	bezbarvé, silně lámající světlo	šedočerné, vrstevnaté	hnědočerné, lesklé
krystalová soustava	kubická	hexagonální	kubická
tvrdost	nejtvrdší nerost	měkký	měkký
teplota tání	netaje, nad 1500°C přechází na grafit	cca 3700°C	při 600°C sublimuje
hustota [ $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ]	3,51	2,26	1,65
rozpuštěnost ve vodě	nerozpuštěný	nerozpuštěný	nerozpuštěný
elektrická vodivost	nevodič	dobrá vodič	polovodič



## 2. Karbonizace

Karbonizace prováděna na netajícím prekurzoru uchovává jeho tvar. Tkaniny a textilie získané karbonizací mají průměrné mechanické vlastnosti, ale mají vynikající adsorpční vlastnosti.

Proces probíhá za teplot 1000-1800 °C, v interním prostředí dusíku, aby nedošlo k poškození vláken oxidací. Z vláken se odstraní vodík a sníží se obsah kyslíku a dusíku, čemuž se říká karbonizace. Po tomto procesu vlákno obsahuje 80-95 % uhlíku. Tímto dochází k maximalizaci pevnosti vlákna. [13, 17]

Asi 90 % uhlíkových vláken je vyrobeno z polyakrylonitrilových vláken. Zbývajících 10 % je vyrobeno z viskózních vláken nebo jsou vyrobena ze smol dehtu, které jsou zbytky po krakování ropy. Tyto materiály jsou organické polymery, které jsou charakteristické dlouhými řetězci molekul spojených atomy uhlíku. Přesné složení každého prekurzoru se u jednotlivých výrobců liší a je považováno za výrobní tajemství. [13]

Vlákna z viskózy mají jen malý výtěžek uhlíkových vláken a to pouze 20-25 % proto se téměř nepoužívají. Vlákna polyakrylonitrilová mají výtěžek 45-50 %, zbytek představuje především dusík, stopy kyslíku a vodíku. Nejvýhodnější je výroba ze smol dehtu, kde je výtěžek 70-80 %. [14]

Smoly představují lacinou surovinu pro výrobu uhlíkových vláken. Používají se smoly složené z petrolejového asfaltu, uhelného dehtu a PVC. Smoly tedy nemají jednotné složení. [15]

Důležitým hlediskem přípravy uhlíkových vláken je jejich porozita, neboť textilie získané karbonizací a aktivací vhodného prekurzoru mají vynikající adsorpční vlastnosti. Aktivované uhlíkové tkaniny jsou díky své mikroporézní struktuře velice výjimečný materiál, který nalézá své uplatnění v medicíně (ochranné respirátory, filtry), v armádě (ochrana proti atomovým, biologickým a chemickým zbraním).

Podle podílu uhlíku ve výsledné struktuře lze uhlíková vlákna rozdělit na:

- karbonizovaná vlákna- obsah uhlíku 91-95 %
- grafitová vlákna- obsah uhlíku nad 99 %

Karbonizovaná vlákna mají oproti grafitovým spolu s nižším obsahem uhlíku nižší hustotu, větší povrch, větší elektrický odpor, nižší tepelnou vodivost a mají větší tendenci adsorbovat vlhkost.

## 2.1 Postup výroby uhlíkových vláken z PAN [5, 16]

Postup výroby uhlíkového vlákna z PAN je možno rozdělit do tří etap:

### a) Stabilizace PAN

Vlákna PAN se stabilizují při teplotách 200-300 °C za působení tahového napětí v oxidačním prostředí (vzduch). Exotermická reakce způsobí, že barva vláken se mění od žluté - oranžové - okrové - po hnědou - až černou. Dojde k cyklizaci vazeb (vytvoření paralelních žebříkových makromolekul) v řetězci makromolekuly a k zesílení makromolekul kyslíkovými můstky. V této etapě vlákno zčerná a stane se netavitelným. Změnou struktury se změní i mechanické vlastnosti, především snížení pevnosti v tahu.

### b) Karbonizace

Karbonizace stabilizovaných vláken probíhá při teplotách 1000-1400 °C v interním prostředí (vysoce čistý dusík), aby nedošlo k poškození vláken oxidací. Ve vláknu proběhne karbonizace (odstraní se vodík a sníží se obsah dusíku a kyslíku, 80-95 % hmoty tvoří uhlík). Ve vlákne se vlivem strukturálních změn mění fyzikální i mechanické vlastnosti vlákna. Vlákno dosáhne maximální pevnosti v tahu.

### c) Grafitizace

Grafitizace probíhá při teplotách od 1400-3000 °C v interním prostředí (velmi čistý argon nebo hélium). Zvětší se tím obsah uhlíku, protože se odštěpí poslední atomy dusíku vázané na struktuře vlákna a umožní se vznik dokonalejších mikrokryсталů, což vede k zvětšení tuhosti vlákna. Grafitizovaná vlákna obsahují více než 99 % uhlíku.

## 2.2 Rozdělení uhlíkových vláken [5]

Původní uhlíková vlákna sloužila pouze jako vysokoteplotní izolace. Vlákna ale postupem času získávají stále vyšší pevnost, modul pružnosti, elektrickou a tepelnou vodivost a adsorpční vlastnosti. Z tohoto důvodu je nutné rozlišovat vlákna.

### *Uhlíková vlákna nižších parametrů*

Tato vlákna jsou obvykle připravována ve formě tkanin a pásků. Prekurzorem pro výrobu je viskóza a smoly.

- pevnost v tahu < 1000 MPa
- modul pružnosti v tahu < 100 GPa

### *Uhlíková vlákna s vysokými mechanickými parametry*

Do této skupiny patří vlákna připravená z polyakrylonitrilové suroviny a mezifázové smoly.

- pevnost v tahu 3,5-7 GPa
- modul pružnosti 230-930 GPa

Tato vlákna lze dále rozdělit na:

#### *Vysokopevná vlákna (high tensile - HT fibers)*

- pevnost v tahu 3-4 GPa
- modul pružnosti 230-300 GPa

#### *Středně modulová vlákna (intermediate modulus - IM fibers)*

- pevnost nad 4 GPa
- modul pružnosti nad 290 GPa

#### *Vysokomodulová vlákna (HM)*

- pevnost v tahu 2,5-4 GPa
- modul elasticity nad 400 GPa

#### *Vlákna se supervysokým modulem (ultrahigh modulus - UMH fibers)*

- pevnost v tahu 2,5-4 GPa
- modul elasticity nad 550 GPa

## 2.3 Použití uhlíkových vláken

Své uplatnění nachází tento materiál téměř ve všech odvětvích průmyslu zejména pro svou dokonalou tvarovatelnost a velmi nízkou hmotnost.

- Zdravotnictví

Ve zdravotnictví byla zjištěna vynikající biologická snášenlivost živé tkáně s uhlíkovými vlákny. Z tohoto důvodu jsou využívány pro umělé kosti, šlachy, protetika a krycí obvazy. Uhlíková vlákna pomáhají zabránovat infekcím, léčit infekce, snižovat náklady na léčbu ran a podporovat jejich rychlejší vyhojení. Používají se také při výrobě antistatických obleků do čistých prostor. K zajištění antistatických vlastností nelze použít chemických úprav textilií. Film, který je většinou nanesen jako finální úprava na vlákno, se může z oděvu postupně uvolňovat a tím dochází jak ke znehodnocení antistatické úpravy, tak k znečišťování prostředí uvolněnými částicemi. Z tohoto důvodu se pro zajištění trvalých antistatických vlastností používá zejména uhlíkových a kovových vláken, které se vyznačují dobrými antibakteriálními vlastnostmi a dobrou elektrickou vodivostí. [4, 17]

- Filtrační oděv a s ním související i dýchací filtry

Filtrační oděv je ochranný prostředek tvořený většinou ze tří vrstev. První vnější vrstva má za úkol zamezit pronikání nečistot, prachu a částečně i vlhkosti. Druhá, vnitřní vrstva bývá tvořena materiálem, do kterého se zapracovává aktivní uhlí. Třetí, spodní vrstva je jemná tkanina, která zaručuje komfort pro uživatele a omezuje pocení. Doba použití oděvu je limitována nasycením aktivního uhlí vlhkostí a tím je omezena i jeho filtrační schopnost. Aktivní uhlí má vysokou pórovitost s velkým vnitřním povrchem, který umožňuje adsorbovat na povrchu aktivního uhlí plynné látky. Oblek má obvykle střih kombinézy, které pokrývá celý povrch těla a je doplněn kapucí, rukavicemi a ochrannou maskou. Pod filtrační oděv se obléká speciální prádlo nebo normální oděv. Oblek v omezené míře umožňuje pokožce dýchat a proto je šetrnější než hermeticky uzavřený oblek, který ale poskytuje mnohem vyšší úroveň ochrany. [18]

- Letectví a kosmonautika

Letectví a kosmonautika dala první podnět ke zkoumání a vývoji těchto materiálů. V tomto odvětví se uhlíková vlákna používají na trysky raket, konstrukční prvky letadel (př. letadlo A380- 25 % konstrukce je z uhlíkového vlákna, které je lehčí a odolnější než kov- umožňuje snížit hmotnost a tím i snížit provoz), výztuhy, sedačky, potahy, konstrukce satelitů vesmírných lodí, pohyblivé části, palubní mechanizmy, lopaty motorů, radarovou techniku, na tlakové nádoby pro palivo, vrtule. [1, 19]

- Stavebnictví

Stavebnictví je obohaceno o možnost použití uhlíkových pásků, tkanin nebo tyčí, které slouží ke zpevnování betonových, zděných a dřevěných konstrukcí namáhaných zejména ohybem, tahem a smykovými silami (př. zpevnění mostů). [1, 20]

- Strojírenství

Ve strojírenství mají uhlíková vlákna své přední místo pro textilní stroje, kompresory, odstředivky, kluzné součásti, ozubená kola, paže robotů, tlakové nádoby, kartáčky elektromotorů, ložiska. [1]

- Výroba energií

Významné místo mají uhlíková vlákna ve výrobě energií. Používají se pro výrobu listů větrných elektráren, turbín, jako sběrače elektrického proudu, nosiče solárních článků, speciální baterie. Vědci zkoumají uhlík i jako zdroj elektrické energie, domnívají se, že grafen může zdvojnásobit účinnost solárních panelů a tím dosáhnout účinnosti až 60 %. Pro svou lehkost, vodivost, pevnost, elektrickou vodivost a snadnou recyklovatelnost může grafen splňovat veškeré vlastnosti solárních panelů. [1, 21]

- Chemie

Chemie používá uhlíková vlákna pro laboratorní nádoby, materiál na uchování čistého vodíku, odstraňování statické elektřiny ze sklolaminátových konstrukcí, korozivzdornou tepelnou izolaci, korozivzdorné nádoby, těsnění, trubky, filtry. [1]

- Sport

Vlastnosti uhlíkových vláken nám umožňují mnohá uplatnění i ve sportu. Výborná odolnost uhlíkových kompozitů vůči slané vodě zapříčinila jejich používání pro výrobu závodních člunů jako část výztuhy, stožárů, výztuhy pádel a vesel.

Dalším sportovními výrobky z uhlíkových vláken jsou tenisové a badmintonové rakety, rybářské pruty, části čtyřkolek, konstrukce jízdních kol, golfové a lyžařské hole, výztuhy hokejek. [1]

- Automobilový průmysl

Uhlíkové vlákno je významné zejména v automobilovém průmyslu. Dříve bylo zcela nemožné vyrábět z těchto materiálů některé díly, natož celé konstrukce. V dnešní době, při snižování cen uhlíkových vláken, se některé automobilové závody rozhodly vyrábět z uhlíkových vláken i celé karoserie, palubní desky, zpětná zrcátka. Běžně se vyrábějí například tyče náhonů, pístní čepy, součásti brzd a brzdové obložení, listy per, těsnící součásti. [1]

Jsou mnohá další využití uhlíkových vláken, která nelze specificky zařadit, jako např. neprůstřelné vesty, nože, hudební nástroje (př. housle, elektrické kytary), membrány reproduktorů, psací pera, módní doplňky (peněženky).

## 2.4 Vlastnosti uhlíkových vláken [1]

### Mechanické vlastnosti

- nízká měrná hmotnost
- vysoká pevnost v tahu
- odolnost proti únavě
- nulová plastická deformace při namáhání
- útlum vibrací
- nízký koeficient tření

### Tepelné vlastnosti

- odolnost vůči vysokým a nízkým teplotám
- odolnost tepelným rázům
- nízký koeficient tepelné roztažnosti

### Chemické vlastnosti

- nehořlavost
- chemická inertnost
- biologická snášenlivost
- odolnost vůči kyselinám, zásadám a rozpouštědlům

### Elektrické a elektromagnetické vlastnosti

- elektrická vodivost
- nepropustnost elektromagnetického záření
- vysoká propustnost rentgenového záření
- nemagnetičnost

## **2.5 Výroba aktivního uhlí**

Aktivní uhlí se vyrábí karbonizací a aktivací uhlíkového materiálu téměř vždy rostlinného původu, např. dřeva a uhlí. Prostou karbonizací, tedy pyrolýzou výchozího materiálu za nepřístupu vzduchu a bez přidávání chemických přísad je výsledný karbonizovaný produkt neaktivní. Velké plochy povrchu a také rozvinuté pórovitosti se dosáhne až aktivací tohoto karbonizovaného materiálu vodní párou nebo kyslíčnickem uhličitým při teplotě obvykle 700-1100 °C. [22]

### **2.5.1 Podrobnější vytváření pórovité struktury aktivního uhlí karbonizací a aktivací [22]**

Při karbonizaci je pyrolytickým rozkladem výchozích surovin odstraněna většina neuhlíkových prvků (vodík, kyslík) a uvolněné atomy elementárního

uhlíky se seskupují do organizovaných elementárních grafických krystalů. Jejich vzájemná poloha je neuspořádaná, tudíž mezi nimi zůstávají volné štěrby, které se zaplňují důsledkem usazování a rozkladu dehtových látek nebo se alespoň uzavírá přístup těchto štěrbin zakrytím vstupních otvorů. Takto vytvořený karbonizovaný produkt má proto jen velmi malou adsorpční aktivitu. Dá se tedy předpokládat alespoň u karbonizace za nízkých teplot, že část dehtů zůstane v pórech mezi krystalitami a na jejich povrchu.

Materiál s velkou adsorpční schopností se získá teprve aktivací karbonizovaného produktu buď vodní párou, nebo kyslíčkem uhličitým. Aktivace proběhne ve dvou stádiích. Z počátku vyhořívá neuspořádaný uhlík a poté dojde k uvolňování uzavřených a zaplněných pórů mezi krystalitami. Při další aktivaci dochází k vyhořívání základních krystalitů uhlíku.

Aktivní uhlí lze vyrobit i jiným způsobem, a to tak, že se uhlíkatý výchozí materiál karbonizuje za přídavku látek omezujících tvorbu dehtů například pomocí chloridu zinečnatého. V jedné operaci se tak získá karbonizovaný materiál s vlastnostmi velmi dobrého aktivního uhlí.

Aktivní uhlí se tedy může vyrábět v podstatě dvojím způsobem:

1. Karbonizací rostlinného materiálu s přídavkem aktivačních činidel, která ovlivňují průběh pyrolýzy. Pro tento způsob je zavedeno označení chemická aktivace.

2. Působením vhodných látek, obvykle plynných, na neaktivní karbonizovaný produkt (připravený běžnými způsoby karbonizace). Tento způsob bývá nazýván fyzikální aktivace.

Tyto výrobní postupy se mohou různě kombinovat, například chemicky aktivované uhlí podstupuje ještě aktivaci vodní párou za účelem zvětšení objemu širších pórů.

### **2.5.1.1 Výroba aktivního uhlí karbonizací uhlíkatého materiálu za přísady aktivačních činidel- aktivace chemická**



Výroba aktivního uhlí chemickou aktivací se vytváří téměř vždy z odpadů dřeva (pilin). Přidáním aktivačního činidla se ovlivní průběh pyrolytických pochodů a potlačí se vývoj dehtů na minimum, zvětší se výtěžek uhlíku v tuhé formě a klesne teplota pyrolýzy. Karbonizace za těchto podmínek poskytuje uhlíkovou látku, která po vymytí aktivačního činidla má velmi dobré vlastnosti aktivního uhlí. [22]

Nejběžnějšími aktivačními látkami jsou chlorid zinečnatý, siřník draselný, kyselina fosforečná a sírová, chlorid hořečnatý, chlorid vápenatý a další. [22]

Impregnační látky se nanosou na materiál za tepla a ve formě roztoku. Takto proimpregnovaný materiál se zahřívá v rotačních pecích za nepřístupu vzduchu a zde proběhnou pochody pyrolytického rozkladu. Karbonizovaný produkt se následně ochlazuje a odstraní se z něho aktivační činidlo. [22]

Chemická aktivace probíhá obvykle při teplotách 400-1000 °C. Jsou to teploty nižší, než je nutné při fyzikální aktivaci, což pozitivně ovlivňuje rozvinutí pórovitosti. [22]

Důležitým faktorem při chemické aktivaci je stupeň impregnace, tedy poměr váhy bezvodné aktivační soli k váze suchého výchozího materiálu. Vliv stupně impregnace na pórovitost výsledného uhlí je zřejmý z toho, že objem soli v karbonizovaném materiálu se rovná objemu pórů, které se jejím vymytím uvolní. Při stupni impregnace dochází s jeho vzrůstem k vzestupu celkového objemu pórů výsledného aktivního uhlí zvětšováním počtu malých pórů. [22]

Nevýhodou  $ZnCl_2$  je nízká teplota varu. To je možné potlačit využitím směsí solí. Jde například o skupinu eutektických ternárních halogenidových solí s cílem vytvořit vysokoteplotní teplotnosné médium s bodem tání pod 250 °C a nízkým tlakem syté páry, nižším než 1,0 MPa při teplotách do 800 °C. Zkoumané soli byly v následující:

1)  $NaCl-KCl-ZnCl_2$  s molárním zlomkem 18,6 % - 21,9 % - 59,5 % a teplotou tání  $t_m = 213$  °C, 2)  $NaCl-KCl-ZnCl_2$  s molárním zlomkem 13,4 % - 33,7 % - 52,9 % a teplotu tání  $t_m = 204$  °C, 3)  $NaCl-KCl-ZnCl_2$  s molárním zlomkem 13,8 % - 41,9 % - 44,3 % a teplotu tání  $t_m = 229$  °C. Výsledky ukazují, že tlak syté páry všech třech eutektických roztavených

solí je nižší než 1,0 MPa při teplotě 800 °C. Sůl ZnCl<sub>2</sub>-KCl-NaCl s molárním zlomkem 44,3 % - 41,9 % - 13,8 % má nejnižší tlak syté páry, který je okolo 1,0 MPa, a to i při teplotě 900 °C. Viskozita těchto solí byla měřena při teplotách v rozmezí od teploty tání do 850 °C. Při nízkých teplotách blízkých bodu tání solí je viskozita asi  $16 \times 10^{-3}$  Pa, zatímco při vysokých teplotách nad 700 °C je viskozita okolo  $4 \times 10^{-3}$  Pa, která je dostatečně nízká pro získání teplotně tekutiny při vysokých teplotách. [23]

### **2.5.1.2 Výroba aktivního uhlí aktivací karbonizovaného poloproduktu plynnými činidly-aktivace fyzikální [22]**

Příprava karbonizované suroviny má vliv na aktivaci i na jakost konečného výrobku. Platí to pro karbonizaci dřeva, přírodního uhlí a dalších uhlíkatých materiálů.

Při karbonizaci dřeva dochází k vysoušení zpracovávané suroviny při teplotách do 170 °C. Zvýšením teploty dochází k částečné degradaci dřeva se současným uvolňováním kyslíčnicku uhelnatého a uhlíčitého a kyseliny octové. Okolo 270-280 °C začíná rozklad, kde vzniká větší množství dehtů. Karbonizace je ukončena vyžiháním při teplotě 400-600 °C, během něhož stoupne obsah uhlíku v karbonizovaném produktu na obvyklých 80 %.

Při výrobě dřevného uhlí, určeného pro výrobu aktivního uhlí je důležitý rychlý průběh pyrolýzy, aby se zkrátila doba styku vzniklého dřevného uhlí a zplodin.

## **2.6 Druhy aktivního uhlí [24]**

Aktivní uhlí se dělí do tří skupin, na uhlí prášková, zrněná a granulovaná.

*Práškové aktivní uhlí*

Tento druh aktivního uhlí obsahuje velmi jemné částice o průměru 10-100  $\mu\text{m}$ . Používá se při čištění vody.

### *Granulované aktivní uhlí*

Granulované uhlí obsahuje větší částice než práškové uhlí, jejich průměr je 0,4-2,5 mm. Používá se pro finální úpravu při dočištění vody.

## **2.7 Adsorpce na aktivním uhlí [22]**

Obohacení látek na povrchu z okolí fáze je nazývané jako adsorpce. Tuhá látka, na níž dochází k adsorpci, se nazývá adsorbent a látka, která se adsorbuje, se nazývá adsorbát. Adsorpce nesmí být zaměňována s absorpcí, která sice také znamená hromadění látky, ale uvnitř dané fáze a ne pouze na fázovém rozhraní.

Aktivní uhlí je jeden z nejrozšířenějších adsorbentů v praxi. Na pevné látce (aktivním uhlí) může probíhat adsorpce z plynné a kapalné fáze.

### **2.7.1 Adsorpce z plynné fáze**

Adsorpce plynů na aktivním uhlí představuje kondenzaci plynu na povrchu tuhé fáze za vytvoření velmi tenké vrstvy kapaliny, pokrývající tento povrch. Pokud budeme chtít adsorbovanou látku z povrchu adsorbentu odstranit, stačí celý systém dostatečně zahřát, aby došlo k odpaření vrstvičky adsorbátu z povrchu adsorbentu. Teplota je důležitým faktorem pro uplatnění adsorpce. Se snižující teplotou adsorpce roste, při jejím zvyšování naopak adsorpce klesá.

Podle povahy sil, které drží molekulu adsorbátu na povrchu adsorbentu rozlišujeme dva základní typy adsorpce- fyzikální a chemickou.

Fyzikální adsorpce - adsorbát je poután k povrchu slabými van der Waalsovými silami a chemická povaha adsorbovaných molekul se nemění.

Chemická adsorpce (chemisorpce) - mezi molekulami adsorbátu a povrchem adsorbentu dochází k výměně nebo sdílení elektronů, tedy k chemické reakci. Vznikne vazba mezi adsorbentem a adsorbátem, která je mnohem silnější

než při fyzikální adsorpci. Chemická adsorpce někdy vyžaduje dodání určité energie, a proto bývá označována jako aktivovaná adsorpce.

### **2.7.2 Adsorpce z kapalně fáze**

V případě roztoků se na povrchu tuhého absorbentu hromadí rozpuštěná látka z roztoku a mezi její koncentrací na povrchu adsorbentu a v roztoku ustavuje adsorpční rovnováha. Termodynamické zpracování adsorpční rovnováhy podal J. W. Gibbs. Vyjádřil ji jako termodynamickou rovnováhu mezi adsorbovanými molekulami, které považuje za zvláštní, tzv. adsorbovanou fázi, a mezi tzv. objemovou fází, kterou rozumí ostatní část roztoku.

### 3. Prekurzory pro výrobu uhlíku

Pro výrobu uhlíku jsou vhodná vlákna z nehořlavých polymerů. Tyto vlákna mají vzhledem ke svému charakteru speciální postavení. Jejich vývoj si vynutily některé speciální obory, např. kosmický průmysl, vývoj špičkových kompozitních materiálů, automobilový průmysl a další. Jde o vlákna, u kterých je nehořlavost a tepelná odolnost již primární vlastností. [25]

Mezi vhodná vlákna pro výrobu uhlíku řadíme např. polyakrylonitril, celulózný materiál, kevlar.

#### 3.1 Polyakrylonitril [25]

Tento materiál je používán nejčastěji a s velmi dobrými výsledky, princip výroby uhlíkových vláken spočívá ve zvláknění PAN, stabilizaci a následné karbonizaci. Pro zvýšení obsahu uhlíku se provádí ještě grafitizace. Výtěžek uhlíkových vláken je 80-95 %, vlákna jsou charakteristické vysokou pevností v tahu.

##### 3.1.1 Vlastnosti PAN

Vlastnosti polyakrylonitrilu spočívají v účinku pohyblivého  $\alpha$ -vodíku, který vytváří se sousedním řetězcem vodíkový můstek.

Tyto mezimolekulové vodíkové můstky způsobují nepatrnou rozpustnost, velmi nízkou termoplasticitu a vynikající mechanické vlastnosti. Polyakrylonitril se proto rozpouští jen v rozpouštědlech, která štěpí vodíkové můstky ( $H_2SO_4$ , dimethylsulfoxidu,  $ZnCl_2$ )

Polymer je netavitelný, protože jeho teplota měknutí i teplota rozkladu se příliš neliší. Při působení vyšších teplot vznikají černě zbarvené produkty.

##### **Mechanické vlastnosti:**

- hustota 1180-1220 kg/m<sup>3</sup>
- malá odolnost v ohybu a kroucení
- pevnost za sucha 1,3-3,2 cN/dtex
- pevnost za mokra 90 % pevnosti za sucha
- tažnost za sucha 20-30 %
- koeficient tření 0,27

### **Termické vlastnosti:**

- vysoká hořlavost
- špatné vedení tepla (tepelný omak)
- při teplotách nad 160 °C vlákno postupně žloutne, hnědne a černá
- vysoká teplota zesklnění 80-100 °C
- teplota skelného přechodu ve vodě 60 °C
- bod měknutí 235 °C
- při teplotě 253 °C dochází k 5 % srážení a při teplotě 260 °C dochází k 10 % srážení

### **3.1.2 Chování PAN za vysokých teplot:**

- při teplotě 160-170 °C dochází k cyklizaci a nevratnému hnědnutí
- při 315-320 °C dochází k rozkladu
- při 400 °C černá
- nad 600 °C vzniká uhlíkové vlákno

### **3.1.3 Výhody a nevýhody PAN:**

#### Výhody

- příjemný vlně podobný omak
- dobré termoizolační vlastnosti
- malá měrná hmotnost
- nízká cena
- dostatečná odolnost vůči UV záření

#### Nevýhody

- nízká odolnost vůči oděru
- nízká navlhavost
- sklon ke žmolkování
- elektrostatický náboj

## 3.2 Kevlar [26]

Kevlar byl vynalezen firmou DuPont v roce 1965. Tento vysokopevnostní materiál se začal používat jako náhrada oceli v závodních pneumatikách. Kevlar se vyznačuje vysokou pevností, tvrdostí a tepelnou stabilitou.

První generace vláken určených jako ochrana proti mechanickému působení byl Kevlar 29, který se vyznačuje malou odolností v ohybu a vůči UV záření. Druhá generace vláken Kevlar 129 je lepší na balistickou ochranu.

Kevlarové vlákno je nevodivé, nehořlavé, má vysokou mechanickou pevnost a tepelnou odolnost. Degradaci vlákna může způsobit pouze dlouhodobé působení silných kyselin a zásad. Kevlar je citlivý na ultrafialové záření. Vystavení dlouhodobému působení tohoto záření má vlákno tendenci měnit barvu ze žluté na hnědou. Vlivem záření může způsobit i snížení mechanických vlastností. Pokud je nutné materiál tomuto záření dlouhodobě vystavovat, musí být tkanina zakryta jiným materiálem, který ultrafialové záření nepropustí.

### Vlastnosti:

- měrná hmotnost 1440 kg/m<sup>3</sup>
- tažnost 3,6 %
- pevnost 19 cN/dtex
- stabilní do teploty 150 °C
- modul elasticity 240 GPa
- výborné dynamické tlumící charakteristiky

## 3.3 Viskóza

Celulózová vlákna lze rozdělit na vlákna přírodní a chemická. Viskóza patří do skupiny chemických vláken z regenerované celulózy. Chování viskózových vláken je blízké bavlně. Základním rozdílem je, že jsou málo odolné vůči alkáliím. [27]

Viskózová vlákna jsou nejrozšířenější chemická vlákna. Tvoří 80 % chemických vláken z přírodních polymerů. Výhodou viskózových vláken je velmi nízká cena a dobrá zpracovatelnost. Jejich nevýhodou je ekologicky neúnosný způsob výroby. [27]

Vlákna prošla dlouhým vývojem, jak o tom svědčí i názvy jako buničina, buna, buničitá vlna. Z tohoto důvodu hovoříme o vláknech standartních a vláknech II. a III. generace. Různé generace vláken pak mají vylepšené vlastnosti jako je vysoká pevnost nebo se vyrábějí jako vlákna dutá. [27]

Jako surovina pro výrobu viskóзовých vláken se používá smrkové, borovicové a bukové dřevo. Výroba může být buď kontinuální, nebo diskontinuální. Dřevo se mletím převádí na celulóзовou drť. [27]

Vlastnosti: [27, 28]

- vysoký lesk, který se odstraňuje matováním
- vysoká sorpce vody
- chladivý omak
- vysoká mačkavost a špinivost
- pevnost za sucha 1,6-2,5 cN/dtex
- pevnost za mokra 50-60 % pevnosti za sucha
- tažnost za sucha 15-30 %
- tažnost za mokra 20-40 %
- navlhavost 11-13 % (silné bobtnání)

### 3.4 Bavlna

Bavlna patří do skupiny přírodních vláken a dále do podskupiny vláken ze semen. Bavlna je nejdůležitější přírodní vlákno na bázi celulózy. Pěstuje se v různých zemích jako je Čína, USA, Turecko, Egypt a Indie. [15]

Bavlna jsou jednobuněčná vlákna obrůstající semena bavlnovníku. Bavlna je zdrojem nejčistší celulózy a je jediným přírodním vláknem, které dokáže konkurovat syntetickým vláknům. [15]

Semena klíčí po 6 až 12 dnech. Po 3 až 5 měsících vyžene do květu a po 4 až 6 měsících dozrává. Květ má pět okvětních lístků, po odkvětu vytváří tobolku. V jedné tobolce bavlníku je okolo 20000 vláken. [15, 29]

Trendem je genetické šlechtění, které umožní zvýšit výtěžnost bavlny na jedno semeno až čtyřnásobně. Standardně se bavlny šlechtí tak, aby jejich barva byla bílá.



Pomocí právě genetického šlechtění lze získat i jiné přirozené barvy vláken, které poté nevyžadují barvení. [29]

Bavlna je citlivá na změnu vlhkosti. Ve vodě bobtná a má vyšší pevnost a tažnost.

Vlastnosti: [15, 29]

- příjemný omak
- sají vlhkost
- mačkavost
- žmolkovatost
- pevnost za sucha 2-5 cN/dtex
- pevnost za mokra 100-120 % pevnosti za sucha
- tažnost za sucha 6-10 %
- tažnost za mokra 100-110 % tažnosti suché
- navlhavost 8,5 %

Hodnocení bavlny: [15]

- pevnost vlákna
- jemnost vlákna
- parametry staplového diagramu
- zralost vláken
- stupeň znečištění a barva

## EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 4. Popis vzorků

#### Polyakrylonitril

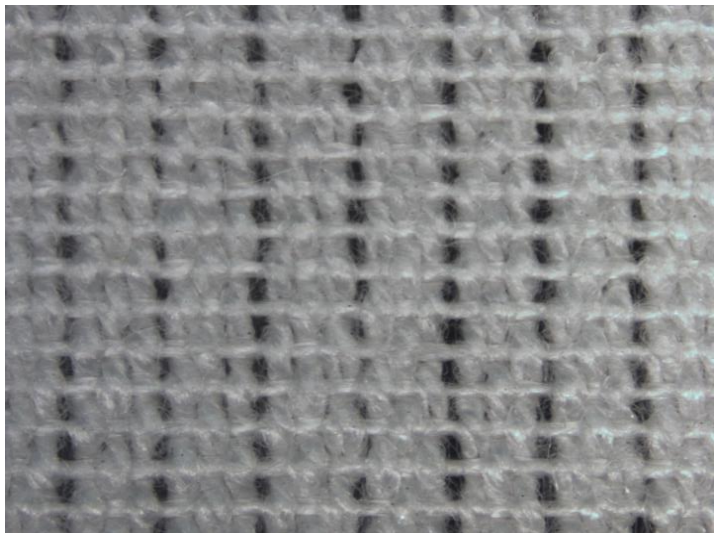
Vazba: plátnová

Hmotnost: 0,290 g

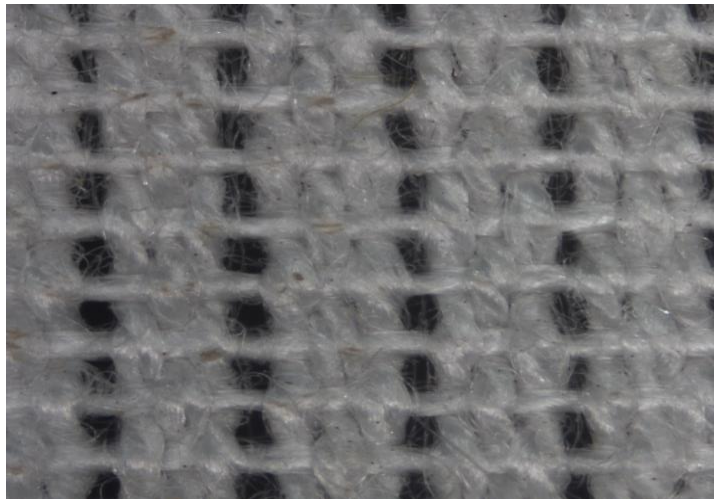
Plošná hmotnost: 181 g/m<sup>2</sup>

Dostava osnovy: 210 nití/cm

Dostava útku: 140 nití/cm



*Obrázek č. 6 - Polyakrylonitril*



*Obrázek č. 7 - Polyakrylonitril*

## Bavlna

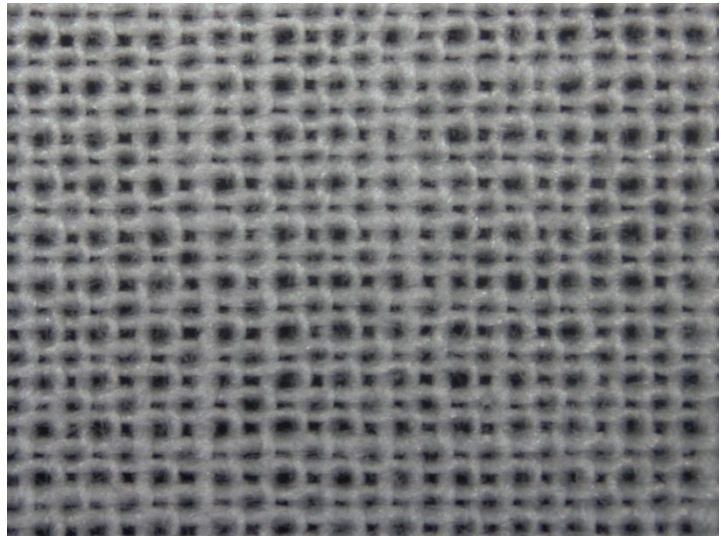
Vazba: plátnová

Hmotnost: 0,203 g

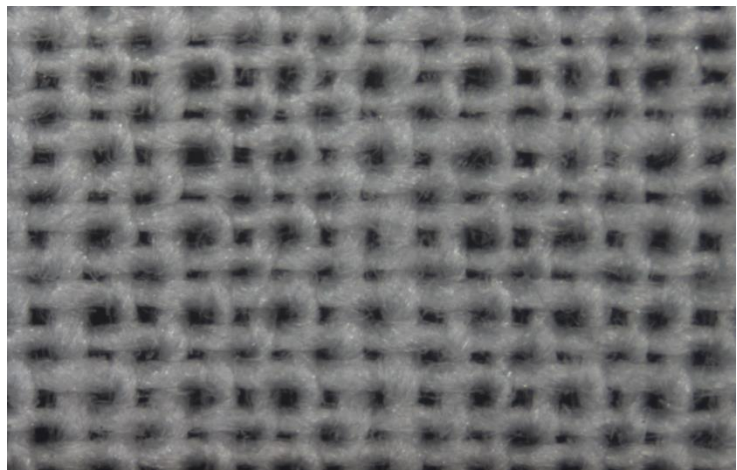
Plošná hmotnost: 127 g/m<sup>2</sup>

Dostava osnovy: 200 nití/cm

Dostava útku: 150 nití/cm



*Obrázek č. 8 – Bavlna*



*Obrázek č. 9 - Bavlna*

## Viskóza

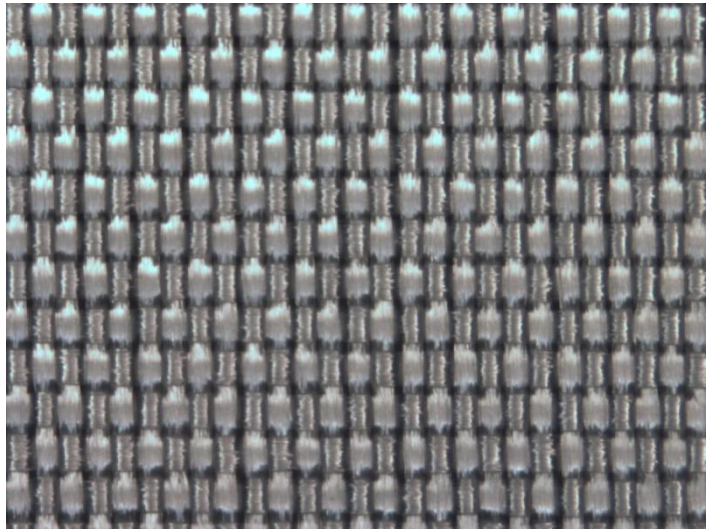
Vazba: plátnová

Hmotnost: 0,121 g

Plošná hmotnost: 76 g/m<sup>2</sup>

Dostava osnovy: 210 nití/cm

Dostava útku: 200 nití/cm



*Obrázek č. 10 - Viskóza*

## 5. První část experimentu

### Průběh experimentu

První část experimentu se zabývá vlivem klasické karbonizace na akrylová vlákna a jejich výsledné vlastnosti. Dále je realizován alternativní postup karbonizace akrylových vláken pomocí směsi solí a výsledné vlastnosti.

### Popis tkanin:

Celkem bylo naměřeno a nastříháno 15 vzorků akrylu o rozměru 4 x 4 cm a 5 vzorků bavlny o rozměru 4 x 4 cm.

### Stabilizace PAN v sušárně

Stabilizace vzorků byla provedena v sušárně. Nejprve bylo 5 vzorků akrylu a vloženo do sušárny Venticell na obr. 11. Trvalo 46 minut, než teplota dosáhla 250 °C (maximální dosažitelná teplota). Po dosažení potřebné teploty byly vzorky ponechány v sušárně 1 hodinu. Výsledné vzorky zčernaly, zkroutily se a zmenšily na cca 3 x 3 cm.

#### Sušárna Venticell [30]

Sušárna zaručuje díky nucené cirkulaci vzduchu homogenní rozložení teploty ve všech procesech sušení a ohřívání. Materiál je tak ve vnitřním prostoru rovnoměrně zahříván ze všech stran.

Vnitřní objem komory: 22 litrů

Teplotní rozsah: od 10 °C nad okolní teplotou do 300 °C

Vnitřní komora: nerezová ocel



Obr. č. 11 - Sušárna Venticell

### Parametry použitých solí

#### NaCl - chlorid sodný [31]

Krystalický chlorid sodný je bezbarvý nebo bílý, průhledný, skelně lesklý.

Molární hmotnost: 58,443 g/mol

Teplota tání: 801 °C

Teplota varu: 1413 °C

Hustota: 2,163 g/cm<sup>3</sup>

#### KCl - chlorid draselný [31]

Chlorid draselný je bílá krystalická látka, dobře rozpustná ve vodě. Je nehořlavý a bez zápachu.

Molární hmotnost: 74,551 g/mol

Teplota tání: 770,3 °C

Teplota varu: 1411 °C

Hustota: 1,989 g/cm<sup>3</sup>

ZnCl<sub>2</sub> - chlorid zinečnatý [31]

Chlorid zinečnatý je sloučenina chloru a zinku. Jedná se o bezbarvou nebo bílou látku dobře rozpustnou ve vodě. Chlorid zinečnatý je navlhavý, proto musí být chráněn před vlhkostí. Používá se v široké škále aplikací při zpracování textilu, jako tavidlo.

Molární hmotnost: 136,315 g/mol

Teplota tání: 293 °C

Teplota varu: 732 °C

Hustota: 2,907 g/cm<sup>3</sup>

*Tabulka č. 2 - Příprava směsi solí*

	<b>NaCl</b>	<b>KCl</b>	<b>ZnCl<sub>2</sub></b>
Molární poměry solí [%]	13,8	41,9	44,3
Molární hmotnost solí [g/mol]	58,4	74,5	136,3
<b>Hmotnostní poměry solí [%]</b>	<b>8,1</b>	<b>31,3</b>	<b>60,6</b>

Výsledná směs 8,1 g chloridu sodného, 31,3 g chloridu draselného, 60,6 g chloridu zinečnatého byla smíchána se 100 ml vody. Tento roztok byl postupně zahříván na vařiči až do teploty varu. Voda se začala odpařovat. Pozorujeme přímý přechod roztoku do taveniny.

V různých testovacích intervalech byl roztok vážen, až do celkového odpaření vody. Zahřívání bylo ukončeno při obsahu 3 % H<sub>2</sub>O.

Do zahřátého roztoku s různou vlhkostí byly ponořovány vzorky akrylu a byl sledován výsledný materiál. Všechny vzorky měly stejnou dobu ponoření do roztoku. Materiál po vyndání z roztoku byl narovnan. Pro větší přehlednost jsou výsledky zaznamenány do tabulky č. 3 níže.

Tabulka č. 3 - Vlastnosti materiálu po ponoření v soli

Obsah vody ve směsi [%]	Výsledný vzorek
14,93	pokrytí filmem vrstvy, ohebný materiál, vlákna se rozpouští, ztráta pevnosti, mazlavý -> nezasychá, lepí
6,85	odlišná barva od prvního vzorku -> tmavší (možnost působení teploty), trochu mazlavý materiál, přestává lepit -> tendence zasychání materiálu
3,34	tmavší než druhý vzorek (možnost působení teploty), téměř nelepí
0,03	nejtmavší vzorek, materiál nelepí, <b>výsledný roztok</b>

Pro srovnání byly vzorky porovnány s bavlnou. Vzorky bavlny byly ponořeny do výsledné taveniny. Výsledný materiál byl tuhý a nelepil.

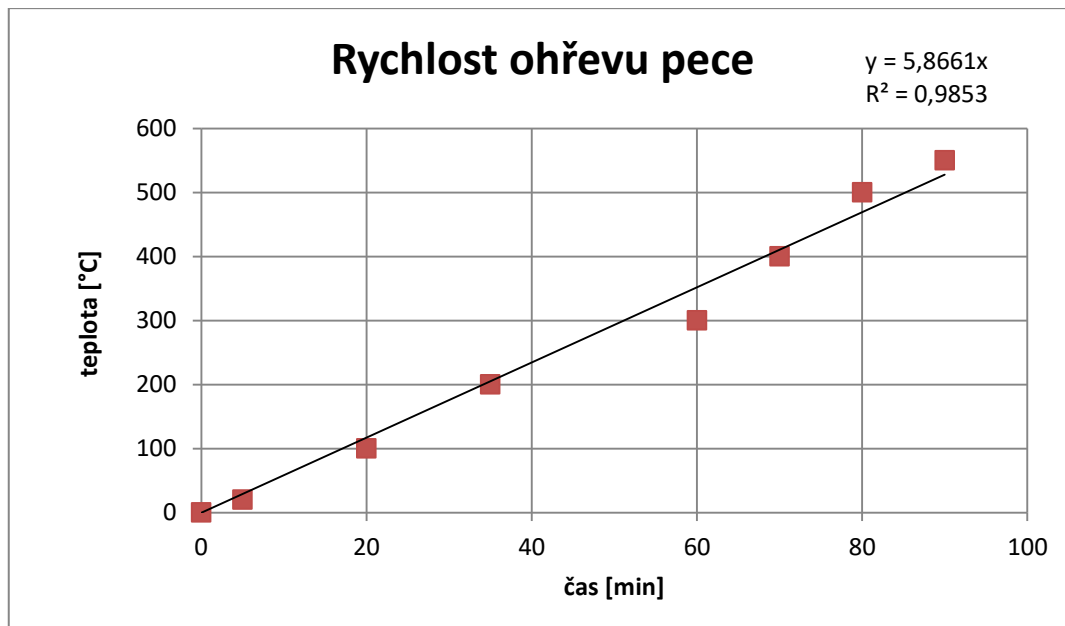
### Laboratorní pec

Celkem 6 vzorků o rozměrech 4 x 4 cm bylo vloženo do pece o teplotě 550 °C po dobu 30 minut. První 3 vzorky ve složení bavlny, akrylu a stabilizovaného akrylu byly testovány bez namočení v roztoku solí. Druhé 3 vzorky ve stejném složení bavlny, akrylu a stabilizovaného akrylu byly namočené ve výsledném roztoku soli.

Vzorky stabilizované dle výše uvedeného postupu byly karbonizovány v laboratorní peci z obr. 13. Všech 6 testovaných vzorků bylo vloženo do pece, která byla postupně zahřívána.

Rychlost ohřevu pece je zaznamenána v grafu níže.





Obrázek č. 12 – Rychlost ohřevu pece

#### Laboratorní pec [32]

Laboratorní pec má vnější nerezovou úpravu a tenkou vnitřní stěnu komory, která zaručuje velmi dobrý přenos tepelné energie a rovnoměrné rozložení teploty. Maximální nastavitelná teplota je 1200 °C.

Vnitřní rozměry komory Š, V, H: 155 x 95 x 180 cm

Příkon: 1,3 kW

Napětí: 230 V



*Obrázek č. 13 - Laboratorní pec*

Po dosažení požadované teploty pece na 550 °C bylo odměřeno 30 minut. Poté byly vzorky z pece vyndány. Po zchladnutí byly všechny vzorky pokryté solí propláchnuty vodou, aby se zbavily soli. U všech karbonizovaných vzorků byl sledován úbytek jejich hmotností. Všechny vzorky z pece zčernaly.

## 6. Druhá část experimentu

### a) stabilizace vzorků v sušárně

Ke druhé zkoušce experimentu bylo naměřeno a nastříháno 30 vzorků akrylu, 30 vzorků bavlny i 30 vzorků viskózy o rozměru 4 x 4 cm. Od každého materiálu byla polovina vzorků stabilizována v sušárně.

V první části experimentu se všechny vzorky zkroutily vlivem vysoké teploty, proto byla vyvinuta nová technologie ochrany tkanin za použití alobalu. Vzorky jsou utěsněny alobalem, aby nedocházelo k přístupu vzduchu, a zároveň jim alobal brání v borcení a kroucení.

Stabilizace v sušárně byla provedena za různých teplot i časového intervalu. U vzorků nyní vlivem alobalu nedošlo k borcení, proto se daly sledovat nejenom hmotnostní změny, ale i rozměrové změny.

### b) testování směsi solí

K dalším pokusům byl vybrán pouze akryl, který byl nejprve stabilizován v sušárně o 300 °C po dobu působení 80 minut.

Na přípravu solí použijeme výslednou směs z prvního experimentu tedy 8,1 g chloridu sodného, 31,3 g chloridu draselného a 60,6 g chloridu zinečnatého dohromady 100 g směsi solí. Tato směs je vložena do kádinky o hmotnosti 120,04 g. Ke směsi solí bylo přilito 100 ml vody a takto vytvořený roztok s kádinkou o celkové hmotnosti 320,04 g byl postupně zahříván na vařiči. Po celou dobu byl sledován čas, teplota a hmotnost výsledky jsou v tabulce č. 4.

Tabulka č. 4 - Zahřívání směsi soli

čas [min]	teplota [°C]	hmotnost [g]
2	71	319,83
4	86	319,06
6	96	317,12
8	101	314,30
10	105	312,12
12	106	308,60
14	106	304,94
16	106	301,23
18	107	297,45
20	107	294,23
22	108	290,15
24	108	285,94
26	109	282,90
28	113	279,09
30	113	277,75
32	114	275,48
34	115	271,80
36	115	266,57
38	116	262,70
40	117	259,37
42	119	255,60
44	119	252,53
46	120	249,85
48	120	246,75
50	120	244,32
52	123	243,57
54	127	237,90
56	127	233,30

Po 56 minutách při teplotě 127 °C můžeme pozorovat pozvolný přechod roztoku do taveniny. Do takto připravené taveniny soli byly namáčeny vzorky. Vzorky se bohužel během vkládání lámaly. Z tohoto důvodu se muselo upravit vkládání vzorků do soli, které je řešené v následující kapitole – finální experiment.

## 7. Finální experiment

Z předchozích experimentů byla vyvinuta nová technologie stabilizace vzorků v sušárně za použití alobalu k ochraně tkanin. Dále byl optimalizován postup vkládání vzorků do připravené taveniny solí, aby se nelámaly a to tak, že tavenina solí bude nalita do misek a vzorky do ní budou vloženy.

Celkem bylo připraveno 10 akrylových vzorků. Následovalo vložení 5 akrylových vzorků do sušárny utěsněných alobalem a zatížené keramickou deskou. Vzorky akrylu byly stabilizovány při 300 °C po dobu působení 80 minut.

Na přípravu většího množství taveniny byla výsledná směs třikrát navýšena, výsledkem je smíchání 24,3 g chloridu sodného s 93,9 g chloridem draselným a 118,8 g chloridem zinečnatým a přidání 150 ml vody. Takto připravená tavenina solí byla nalita do 10 misek a vložena do sušárny při 150 °C po dobu působení 1 hodiny, poté snížení teploty na 105 °C až do odpaření veškeré vody. Do takto připravené taveniny solí bylo vloženo 5 stabilizovaných vzorků a 5 vzorků bez stabilizace viz obr. č. 24.

Misky se směsí a ponořeným vzorkem byly vloženy do pece o teplotách 400 °C, 450 °C, 500 °C, 550 °C a 600 °C, vždy po dobu působení 30 minut.

Následně proběhlo vymývání soli ze vzorků. U stabilizovaného akrylu bylo vymývání soli prováděno několikanásobným proplachováním vzorků destilovanou vodou.

U vzorků bez stabilizace, z kterých se stal prášek, byla filtrace prováděna přes filtrační zařízení s membránou. Nejprve byla do prášku přidána destilovaná voda. Chvilu se prášek nechal odležet, dokud se nerozpustil. Poté byl prášek s vodou přelit do filtru, kde došlo k jeho přefiltrování. U přefiltrované destilované vody byla vždy kontrolována zbylá sůl a to měřením elektrického odporu. Filtrace se prováděla několikrát až do té doby, než se přefiltrovaná voda rovnala hodnotě obyčejné destilované vody. Měření elektrického odporu se provádí z důvodu, abychom věděli, že jsme se zbavili veškeré soli a zbyl pouze uhlíkový prášek. Elektrický odpor byl měřen na číslicovém multimetru UNI-T UT70C z obr. č. 14.



*Obrázek č. 14 - Číslicový multimetr*

Pro filtraci byl použit přístroj Nalgene 300 od firmy Fisher Scientific na obr. 15. Přístroj je určen pro membránové filtry o průměru 47 nebo 50 mm. Střední část modulu slouží k vložení filtrační membrány. Celá sestava se šroubuje na spodní sběrnou lahev.

Pro naši filtraci byla použita membrána také od firmy Fisher Scientific z polykarbonátu. Tato membrána je vyrobena z velice kvalitního polykarbonového filmu s hladkým povrchem. Díky velmi malé velikosti pórů, vysoké průtočnosti a vysoké chemické i teplotní odolnosti se polykarbonátové membrány používají při detekci částic v mnoha korozivních kapalinách, při analýzách vody a vzduchu.



*Obrázek č. 15 - Filtrovací zařízení*

Ze vzorků, které nebyly stabilizovány v peci, se stal prášek. Stabilizované vzorky vydržely působení vysokých teplot. Jako nejlepší byly vyhodnoceny vzorky, které byly dále karbonizované v peci při teplotě 500 °C a 550 °C.

K následnému testování sorpce a hmotnosti byly vybrány pouze tyto vzorky. Jednalo se tedy o stabilizovaný a nestabilizovaný vzorek akrylu, který byl ponořený v tavenině solí a následně karbonizovaný při 500 °C. Tyto vzorky byly dále porovnávány se vzorky karbonizovanými standartním postupem bez použití taveniny solí.



### **Metodika nastavení sorpční schopnosti uhlíku pomocí methylenové modře:**

Použitá methylenová modř ( $C_{16}H_{18}N_3SCl$ ) je zelený prášek bez zápachu, který s vodou tvoří modrý až nafialovělý roztok a její molární hmotnost 319,85 g/mol.

Samotná zkouška spočívala v přípravě suspenze uhlíku v destilované vodě a přidání roztoku methylenové modře. Následné míchaní na magnetickém míchadle 60 minut. Po uplynutí této doby byl roztok odstředěn pomocí odstředivky z obr. 16 a byla měřena absorbance zbylého neadsorbovaného roztoku pomocí spektrofotometru, viz obr. 17.

- Postup:
- navážení 20 mg uhlíku
  - přípravě roztoku methylenové modře 1 g/l
  
  - 70 mg/l methylenové modře a doplnění destilovanou vodou na 50 ml
  - přidáno 20 mg testovaného vzorku
  - míchaní na magnetickém míchadle při 20 °C po dobu 60 minut
  - odstředění na centrifuze po dobu 1 minuty
  - naředění 1:10 roztoku s destilovanou vodou
  - měření absorbance na spektrofotometru při 665 nm

*Tabulka č. 5 – Slepý pokus*

uhlík [mg]	20
celkový objem [ml]	50
methylenová modř [mg/l]	70
methylenová modř v 50 ml [mg/ml]	3,5
absorpce 1 g uhlíku [mg/g]	175

### Centrifuga [33]

Malá, nechlazená stolní odstředivka. Přijímá různé centrifugační zkumavky až do objemu 15 ml a vytváří maximální rychlost 6000 otáček/minutu.

Kapacita: 8 x 15 ml

Rozměry Š, V, H: 261 x 228 x 353 mm

Hmotnost: 9 kg



*Obrázek č. 16 – Centrifuga Hettich EBA 20*

## Spektrofotometr

Tento typ spektrofotometru umožňuje měření absorbance při konkrétní nastavené vlnové délce. Výstupem je údaj o absorbanci.



Obrázek č. 17 – Spekol 11

## 8. Zhodnocení výsledků experimentu

### První část experimentu

Celkem připraveno 6 vzorků (2 vzorky bavlny, 2 vzorky akrylu a 2 vzorky stabilizovaného akrylu). Stabilizace akrylu probíhala při 250 °C po dobu působení 1 hodiny.

Karbonizace všech vzorků pak probíhala při 550 °C po dobu působení 30 minut. První 3 vzorky ve složení bavlny, akrylu a stabilizovaného akrylu byly testovány bez namočení v roztoku solí. Další 3 vzorky ve stejném složení bavlny, akrylu a stabilizovaného akrylu byly namočené v roztoku solí.

Roztok solí se skládal z 8,1 g chloridu sodného, 31,3 g chloridu draselného, 60,6 g chloridu zinečnatého a přidání 100 ml vody.

Po karbonizaci byl sledován úbytek hmotností jednotlivých vzorků, viz tabulka č. 6.

Tabulka č. 6 - Vzorky po vyndání z pece o teplotě 550°C a době působení 30minut.

<b>VZORKY PO VYNDÁNÍ Z PECE</b>			
<b>Vzorky bez soli</b>			
	<b>Bavlna</b>	<b>Akryl</b>	<b>Stabilizovaný akryl</b>
<b>Relativní snížení hmotnosti vzorku [%]</b>	100	64	51
<b>Vlastnosti</b>	- shořela	- lehčí - menší	- vzhledově se se vzorkem nic nestalo - vzorek ztratil polovinu své hmotnosti
<b>Vzorky namočené v roztoku soli</b>			
	<b>Bavlna</b>	<b>Akryl</b>	<b>Stabilizovaný akryl</b>
<b>Relativní snížení hmotnosti vzorku [%]</b>	44	35	46
<b>Vlastnosti</b>	- uhelnatí - hmotnost se snížila téměř o polovinu - vzrostla hmotnost oproti vzorku bez taveniny solí	- rozpouští celulózu - uhelnatí - zvýšení hmotnosti oproti vzorku bez taveniny solí	- vzhledově se se vzorkem nic nestalo - vzrostla hmotnost oproti vzorku bez taveniny solí

Všechny vzorky namočené v tavenině solí jsou větší než bez taveniny. Bylo dokázáno fungování směsi soli jako nehořlavé úpravy. Domnívám se, že hlavní ochrana vzorku bude prokázána až za větších teplot.

## Zkouška žihání

Zkouška byla provedena na kahanu. Jedná se o karbonizaci mimo pec, viz tabulka č. 7.

Tabulka č. 7 - Zkouška žihání

<b>PAN bez taveniny solí</b>	<b>PAN namočený v tavenině solí</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>- rozpadával se</li><li>- hořel</li><li>- zbylo z něho mnohonásobně méně než z PAN se solí</li><li>- méně uhlíkových vláken</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- dobrá nehořlavá úprava -&gt; sůl je dostatečnou úpravou</li><li>- uhelnatí</li><li>- neodkapává, nerozpouští, nevytváří popel</li><li>- více uhlíkových vláken než PAN bez solí</li></ul>
<b>Bavlna bez taveniny solí</b>	<b>Bavlna namočená s tavenině solí</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>- spálení na prach</li><li>- nic nezbyde</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- zbyl uhlík -&gt; uhlíkový prášek</li><li>- uhelnatí v tavenině (možnost karbonizace bavlny -&gt; nemožné spálit)</li><li>- vzorek je chráněný jak v peci, tak v hořáku</li></ul>

## Druhá část experimentu

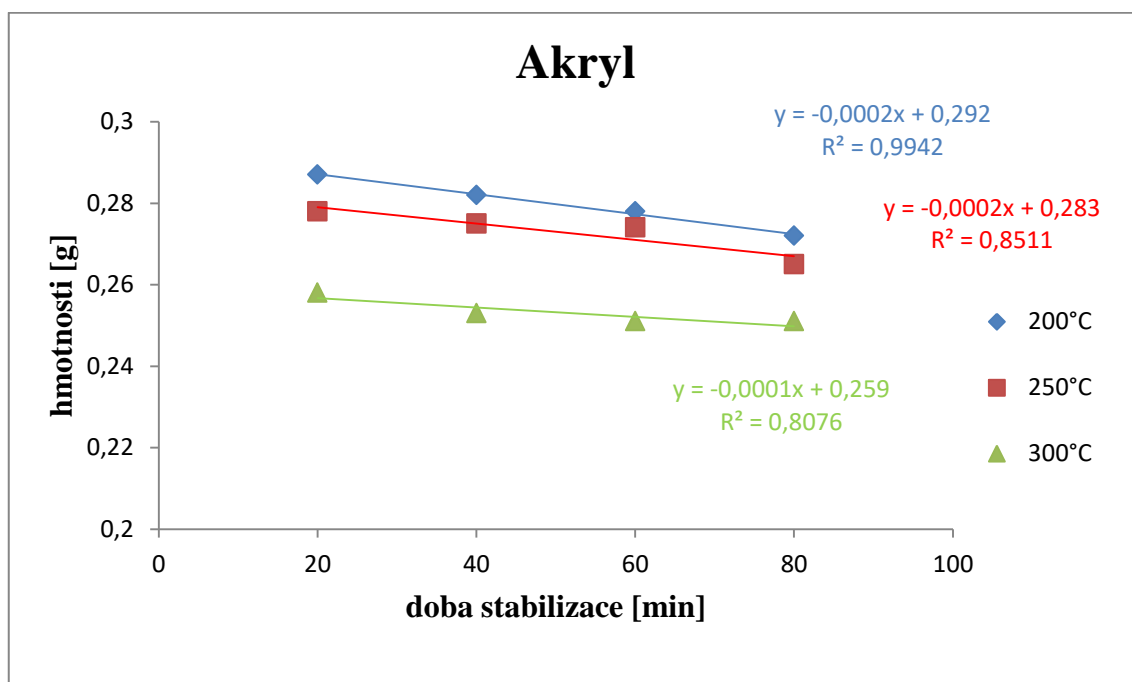
### a) stabilizace vzorků v sušárně

Testování nové technologie ochrany tkanin za použití alobalu. Stabilizace byla prováděna za různých teplot i časového intervalu. Původní hmotnost vzorků akrylu je 0,290 g, bavlny 0,203 g a viskózy 0,121 g. Výsledné hodnoty po stabilizaci vzorků ze sušárny jsou uvedené v tabulkách 8-16 a na grafech 18-23.

### **Vzorky uložené v alobalu:**

*Tabulka č. 8 - Hmotnost akrylu chráněného alobalem*

<b>Akryl- hmotnosti [g]</b>			
doba stabilizace [min]	teplota [°C]		
	200	250	300
20	0,287	0,278	0,258
40	0,282	0,275	0,253
60	0,278	0,274	0,251
80	0,272	0,265	0,251



*Obrázek č. 18 - Hmotnost akrylu chráněného alobalem*

Tabulka č. 9 - Zmenšení akrylu po stabilizaci

Akryl- rozměry vzorků po sušárně [mm]						
čas vyndání [min]	teplota 200°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	38,0	36,5	37,5	37,0	37,3	6,9
40	38,0	35,5	37,5	35,5	36,6	8,4
60	37,0	35,5	36,0	37,5	36,5	8,8
80	35,0	37,0	34,5	37,0	35,9	10,3
100	36,0	35,0	36,0	34,5	35,4	11,6

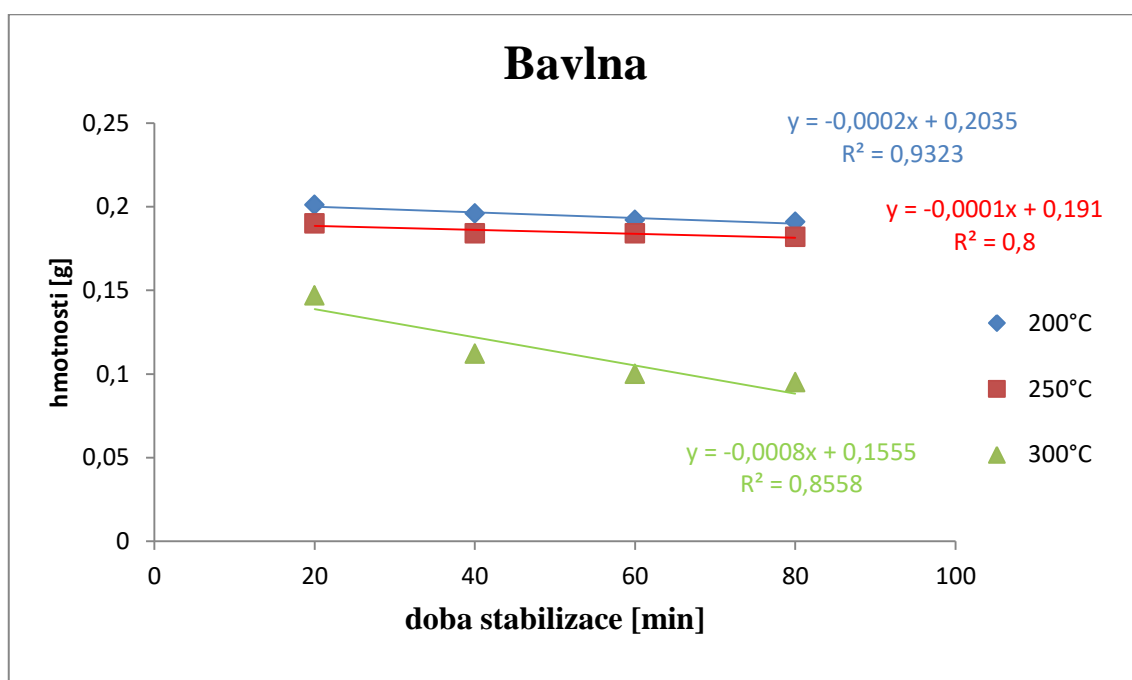
čas vyndání [min]	teplota 250°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	30,0	33,5	30,0	33,5	31,8	20,6
40	29,0	33,5	29,0	34,0	31,4	21,6
60	28,0	32,0	28,0	32,5	30,1	24,7
80	27,5	31,5	27,5	31,0	29,4	26,6
100	27,5	31,5	27,0	31,0	29,3	26,9

čas vyndání [min]	teplota 300°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	28,5	29,5	28,5	30,0	29,1	27,2
40	28,5	29,0	28,5	30,0	29,0	27,5
60	28,0	28,5	28,0	29,5	28,5	28,8
80	27,5	28,0	28,0	29,5	28,3	29,4
100	26,5	28,0	27,5	29,5	27,9	30,3



Tabulka č. 10 - Hmotnost bavlny chráněné alobalem

<b>Bavlna- hmotnosti [g]</b>			
doba stabilizace [min]	teplota [°C]		
	200	250	300
20	0,201	0,190	0,147
40	0,196	0,184	0,112
60	0,192	0,184	0,100
80	0,191	0,182	0,095



Obrázek č. 19 - Hmotnost bavlny chráněné alobalem

Tabulka č. 11 - Zmenšení bavlny po stabilizaci

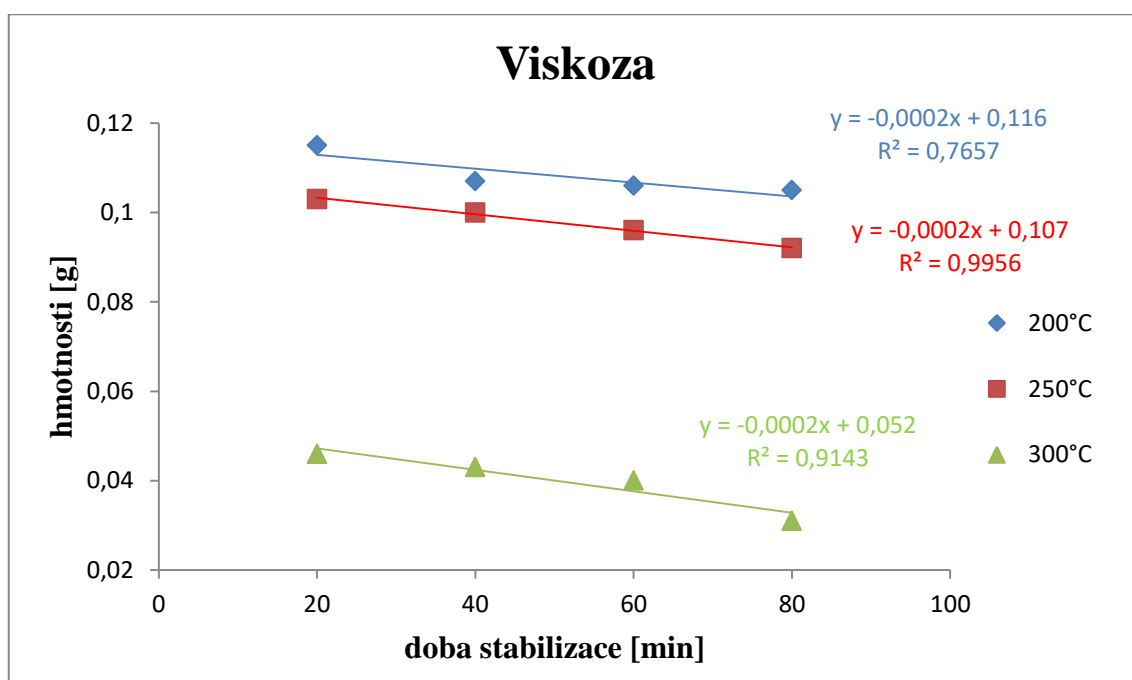
<b>Bavlna- rozměry vzorků po sušárně [mm]</b>						
čas vyndání [min]	teplota 200°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00
40	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00
60	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00
80	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00
100	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00

čas vyndání [min]	teplota 250°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00
40	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00
60	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00
80	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00
100	40,0	40,0	40,0	40,0	40,0	0,00

čas vyndání [min]	teplota 300°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	40,0	39,0	40,0	40,0	39,8	0,6
40	39,0	28,5	39,0	39,0	38,9	2,8
60	39,0	39,0	38,5	38,5	38,8	3,1
80	39,0	37,5	39,0	38,0	38,4	4,1
100	39,0	38,0	38,5	37,5	38,3	4,4

Tabulka č. 12 - Hmotnost viskózy chráněné alobalem

Viskóza- hmotnosti [g]			
doba stabilizace [min]	teplota [°C]		
	200	250	300
20	0,115	0,103	0,046
40	0,107	0,100	0,043
60	0,106	0,096	0,040
80	0,105	0,092	0,031



Obrázek č. 20 - Hmotnost viskózy chráněné alobalem

Tabulka č. 13 - Zmenšení viskózy po stabilizaci

Viskóza- rozměry vzorků po sušárně [mm]						
čas vyndání [min]	teplota 200°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	40,0	38,5	39,0	40,0	39,4	1,6
40	40,0	39,0	39,0	39,0	39,3	1,9
60	40,0	38,0	40,0	38,0	39,0	2,5
80	38,0	40,0	38,0	34,5	37,6	5,9
100	39,0	36,0	39,5	34,5	37,3	6,9

čas vyndání [min]	teplota 250°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	40,0	38,0	40,0	39,5	39,4	1,6
40	40,0	38,0	40,0	39,0	39,3	1,9
60	40,0	38,5	40,0	38,0	39,1	2,2
80	40,0	38,0	40,0	38,0	39,0	2,5
100	39,0	38,0	38,5	38,5	38,5	3,8

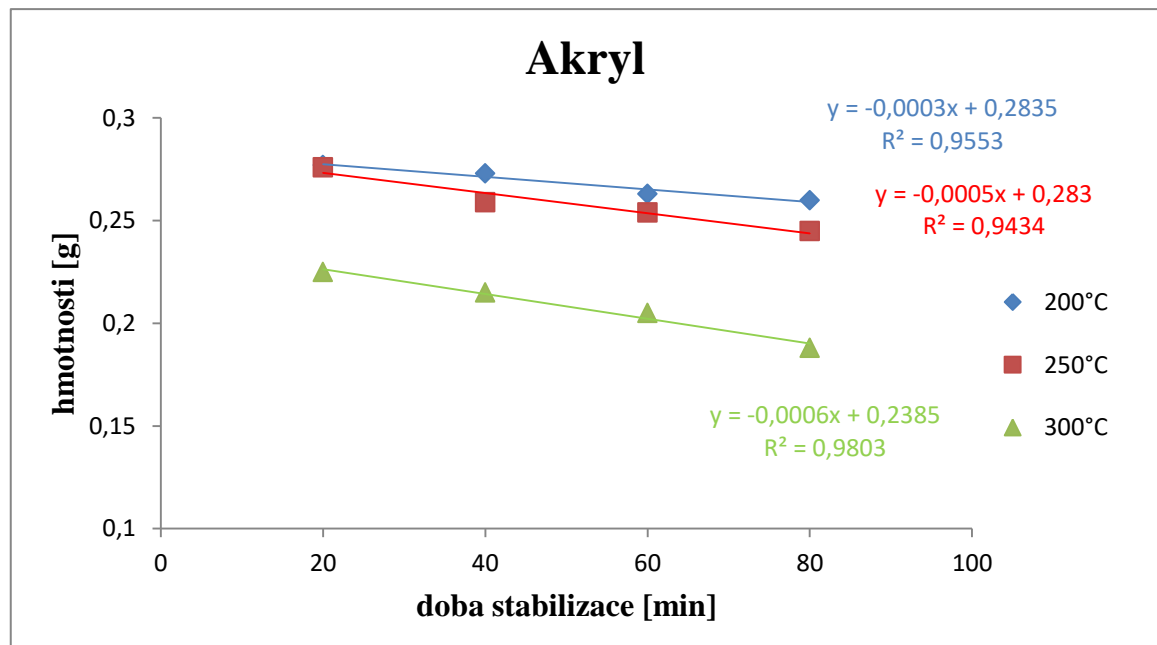
čas vyndání [min]	teplota 300°C				průměrná délka strany [mm]	poměrové zkrácení [%]
	a	b	c	d		
20	33,0	34,5	33,0	34,5	33,8	15,6
40	32,0	31,5	32,5	33,5	32,4	19,1
60	33,0	31,0	32,0	33,0	32,3	19,4
80	32,5	31,5	31,0	27,0	30,5	23,8
100	30,0	27,0	30,5	26,5	28,5	28,8

Všechny vzorky akrylu, bavlny i viskózy se vlivem stoupající teploty a doby působení zmenšily a jejich hmotnosti se snížily. Jejich hmotnostní výtěžek, je ale vyšší než u vzorků volně vložených bez ochrany alobalem.

**Vzorky volně vložené:**

*Tabulka č. 14 - Hmotnost akrylu bez ochrany alobalem*

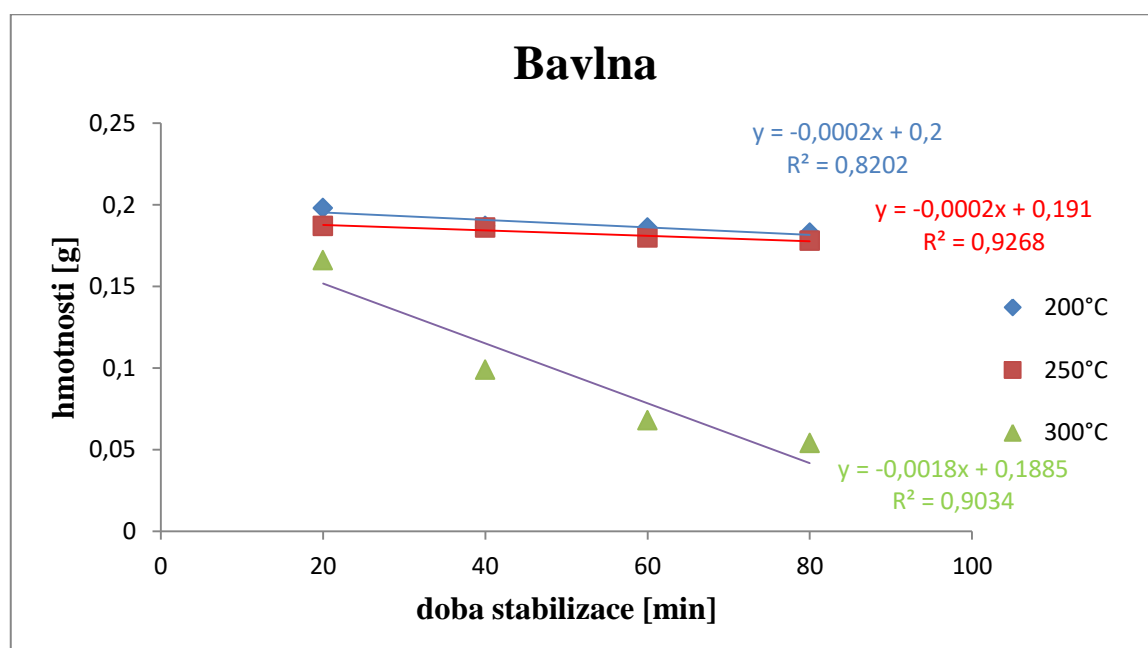
<b>Akryl- hmotnosti [g]</b>			
doba stabilizace [min]	teplota [°C]		
	200	250	300
20	0,277	0,276	0,225
40	0,273	0,259	0,215
60	0,263	0,254	0,205
80	0,26	0,245	0,188



*Obrázek č. 21 - Hmotnost akrylu bez ochrany alobalem*

Tabulka č. 15 - Hmotnost bavlny bez ochrany alobalem

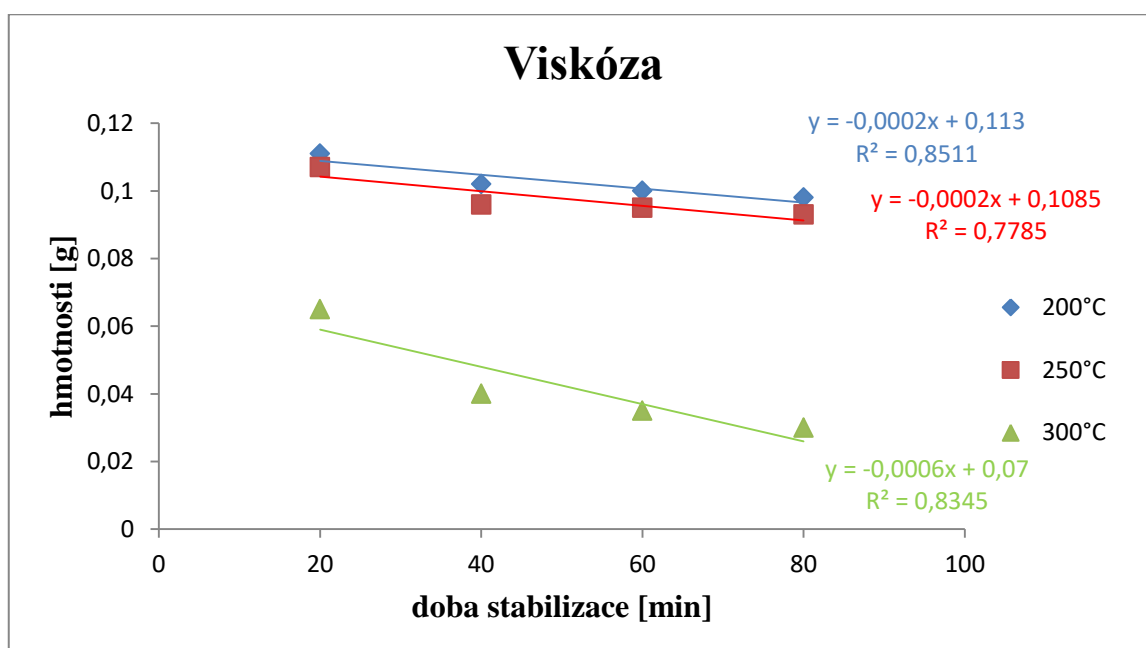
Bavlna- hmotnosti [g]			
doba stabilizace [min]	teplota [°C]		
	200	250	300
20	0,198	0,187	0,166
40	0,187	0,186	0,099
60	0,186	0,180	0,068
80	0,183	0,178	0,054



Obrázek č. 22 - Hmotnost bavlny bez ochrany alobalem

Tabulka č. 16 - Hmotnost viskózy bez ochrany alobalem

Viskóza- hmotnosti [g]			
doba stabilizace [min]	teplota [°C]		
	200	250	300
20	0,111	0,107	0,065
40	0,102	0,096	0,040
60	0,100	0,095	0,035
80	0,098	0,093	0,030



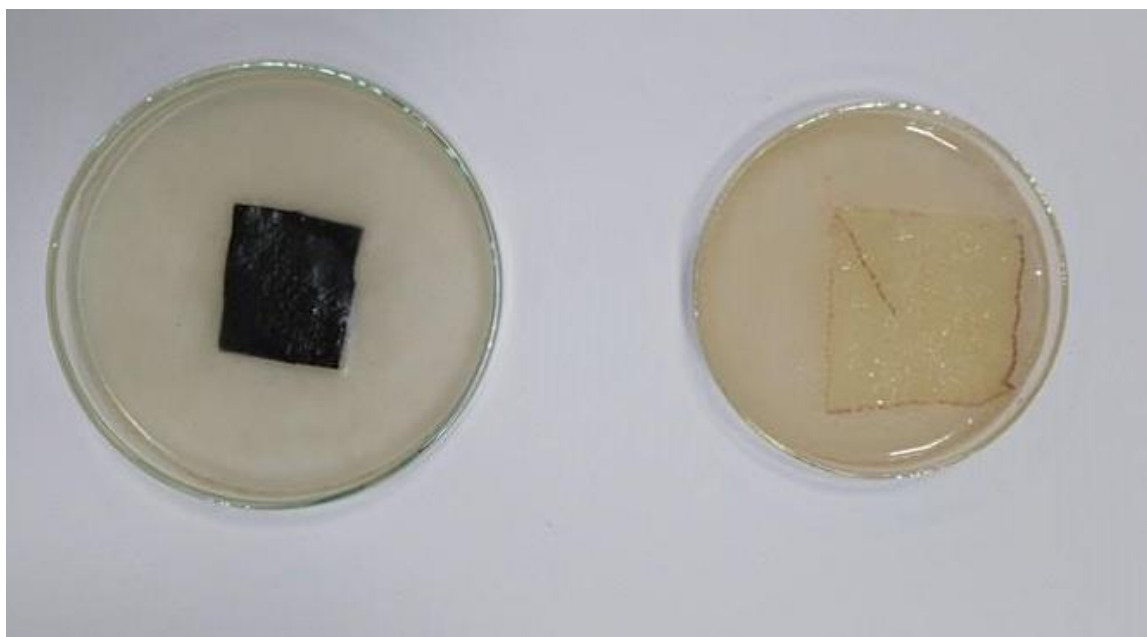
Obrázek č. 23 - Hmotnost viskózy bez ochrany alobalem

U všech materiálů bez použití alobalu se jejich hmotnosti také snižovaly se zvyšující se teplotou a dobou působení. Oproti vzorkům, které byly chráněné alobalem, se jejich hmotnosti snížily. Nebylo možné sledovat rozměrové změny, protože vzorky se po vyndání ze sušárny lámaly a byly velmi křehké při manipulaci.

### Finální experiment

Navýšené množství taveniny solí složené z 24,3 g chloridu sodného, 93,3 g chloridu draselného, 118,8 g chloridu zinečnatého a přidání 150 ml vody. Do takto připravené taveniny solí bylo vloženo 5 stabilizovaných vzorků akrylu ze sušárny a 5 vzorků akrylu bez stabilizace. Stabilizace akrylu trvala 80 minut při 300 °C.

Misky se směsí a ponořeným vzorkem byly vloženy do pece o teplotách 400 °C, 450 °C, 500 °C, 550 °C a 600 °C, vždy po dobu působení 30 minut. Výsledky jsou zaznamenané na obrázcích č. 25-29.



Obrázek č. 24 – Vlevo- stabilizovaný vzorek akrylu ve směsi solí  
Vpravo- nestabilizovaný vzorek akrylu ve směsi solí





*Obrázek č. 25 – Vlevo- stabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 400°C*

*Vpravo- nestabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 400°C*



*Obrázek č. 26 - Vlevo- stabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 450°C*

*Vpravo- nestabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 450°C*



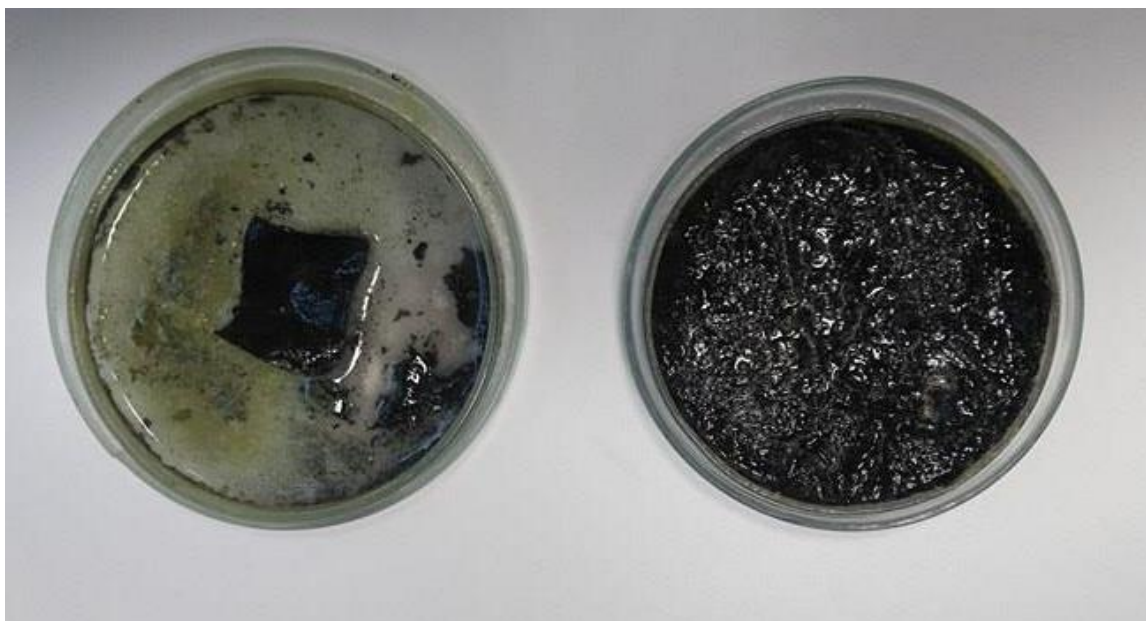
*Obrázek č. 27 - Vlevo- stabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 500°C*

*Vpravo- nestabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 500°C*



*Obrázek č. 28 - Vlevo- stabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 550°C*

*Vpravo- nestabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 550°C*



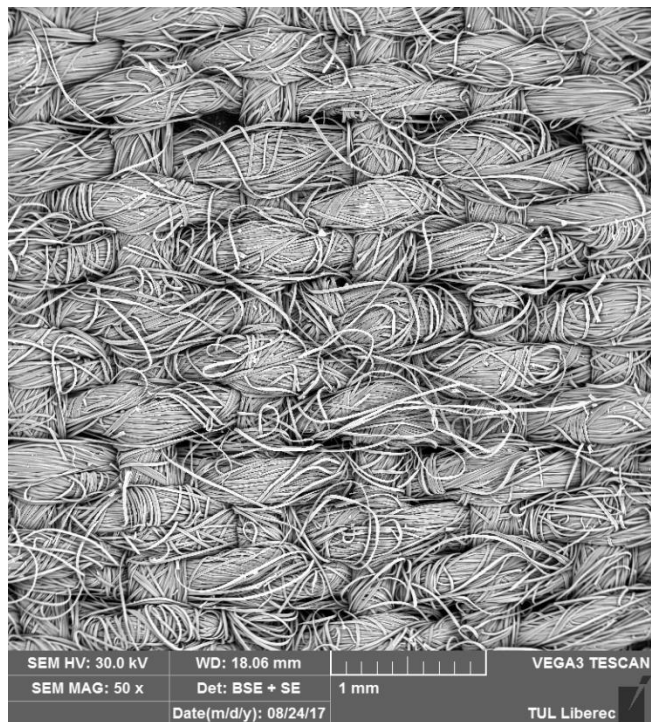
*Obrázek č. 29 - Vlevo- stabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 600°C*

*Vpravo- nestabilizovaný vzorek akrylu-> karbonizace při 600°C*

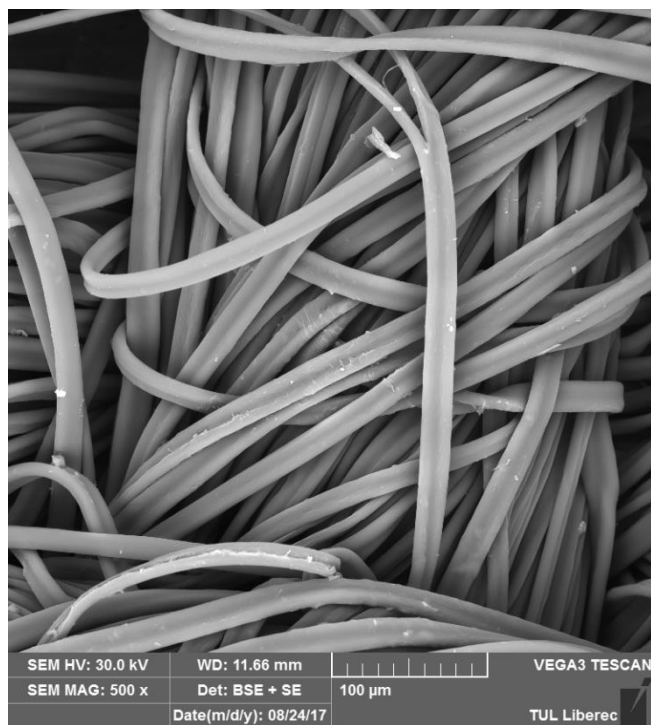
Ze vzorků, které nebyly stabilizovány v peci, se stal prášek. Stabilizované vzorky vydržely působení vysokých teplot. Jako nejlepší byla vyhodnocena teplota 500 °C a 550 °C, protože při působení 600 °C je už povrch nazelenalý a při nižších teplotách se sůl dostatečně nerozpustila.

Vzorky akrylu byly dále podrobeny analýze na infračervené spektroskopii, viz obr. 30-38.

Původní polyakrylonitrilová tkanina:

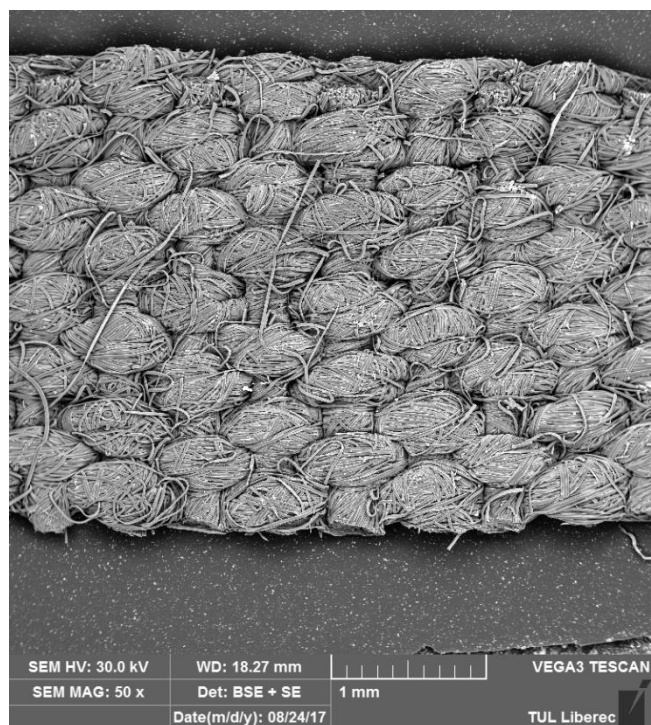


Obrázek č. 30 – Původní tkanina polyakrylonitrilu

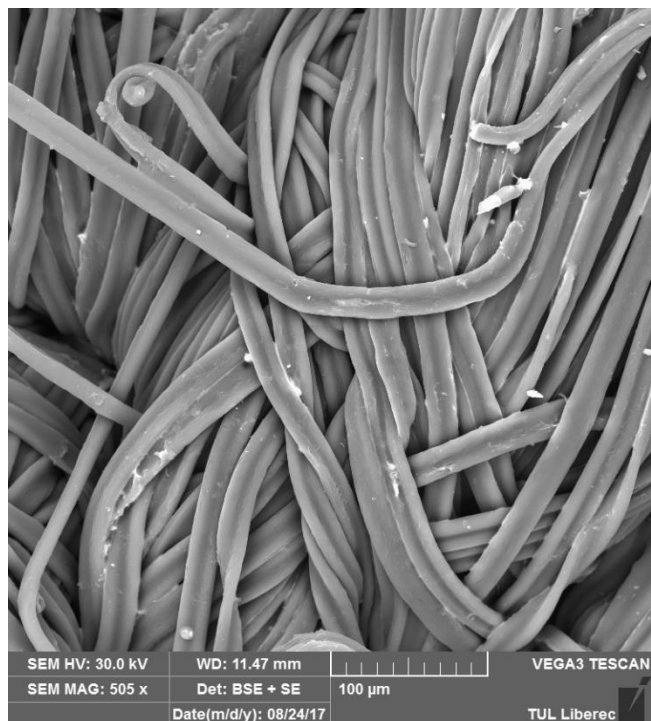


Obrázek č. 31 – Původní tkanina polyakrylonitrilu

Polyakrylonitrilová tkanina po stabilizaci při 300 °C po dobu působení 80 minut, ponořená ve směsi solí a následně karbonizovaná v peci při 300 °C po dobu působení 30 minut:

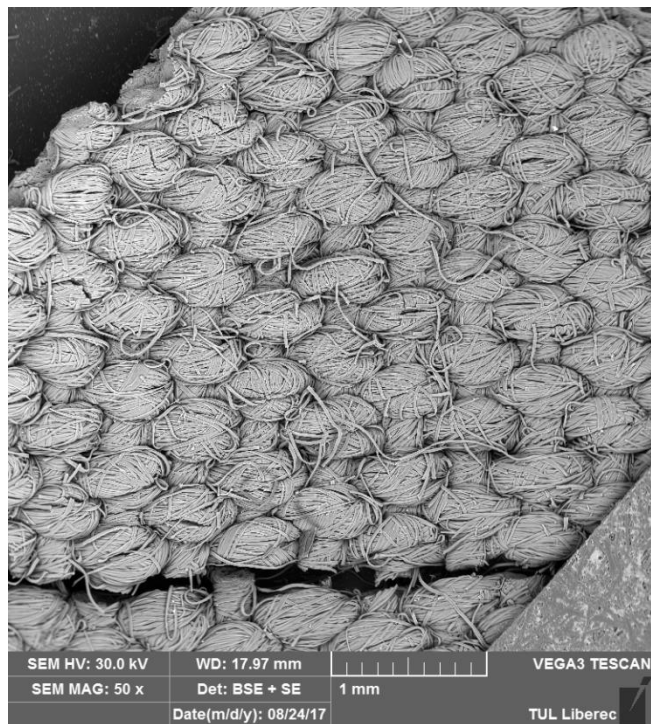


Obrázek č. 32 – Polyakrylonitrilová tkanina

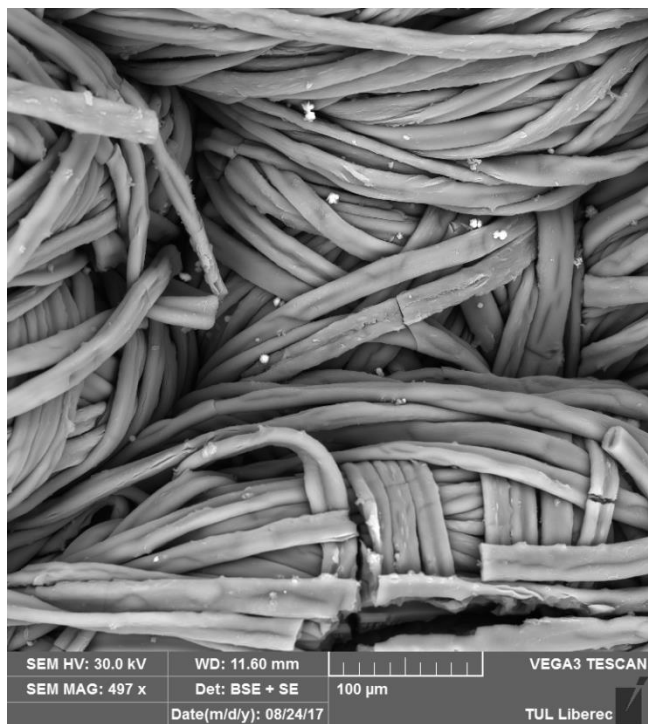


Obrázek č. 33 – Polyakrylonitrilová tkanina

Polyakrylonitrilová tkanina po stabilizaci při 300 °C po dobu působení 80 minut ponořená ve směsi solí a následně karbonizovaná v peci při 500 °C po dobu působení 30 minut:

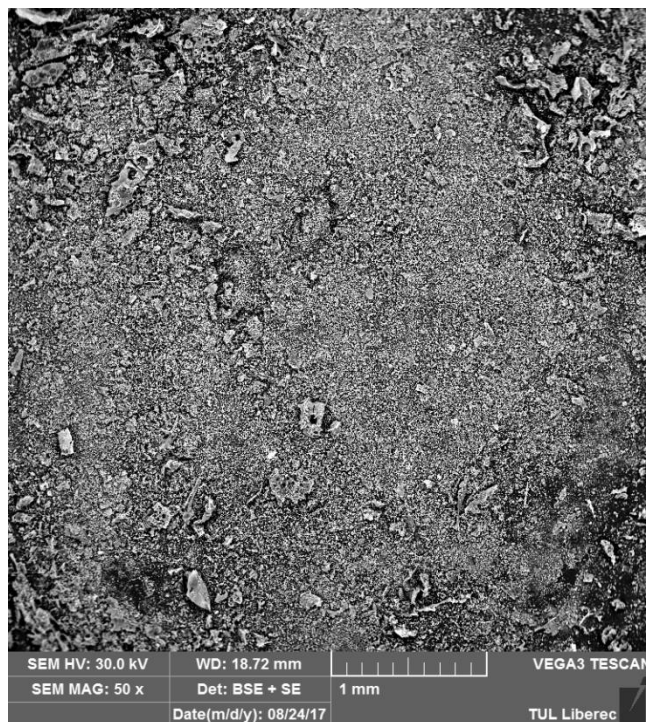


Obrázek č. 34 – Polyakrylonitrilová tkanina

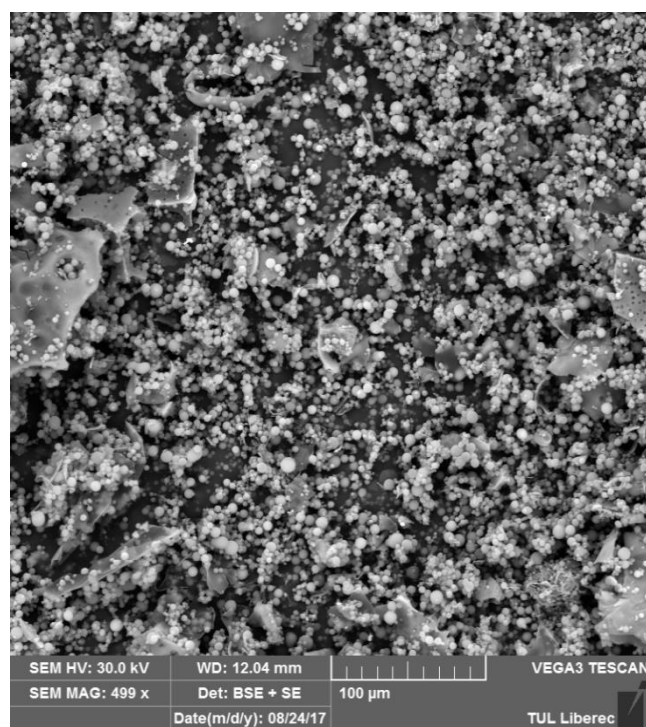


Obrázek č. 35 – Polyakrylonitrilová tkanina

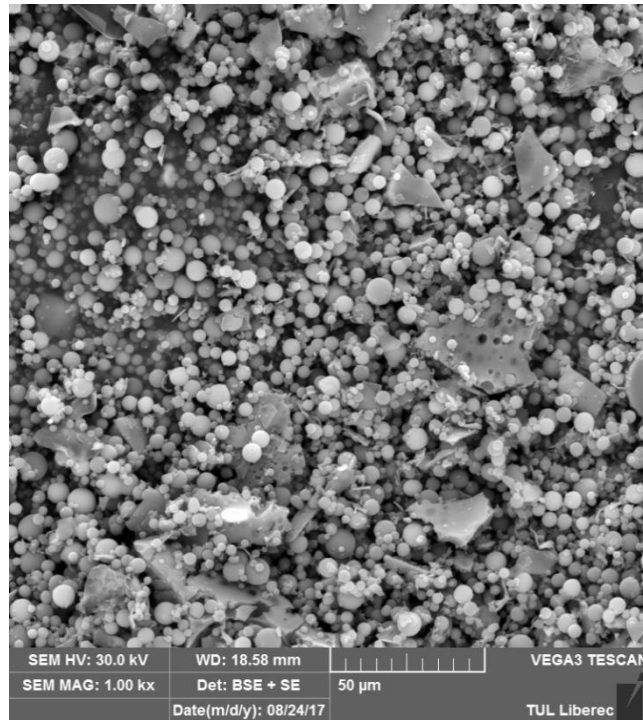
Polyakrylonitrilová tkanina ponořená ve směsi solí a karbonizovaná v peci při 500 °C po dobu působení 30 minut:



Obrázek č. 36 – Polyakrylonitrilová tkanina - prášek

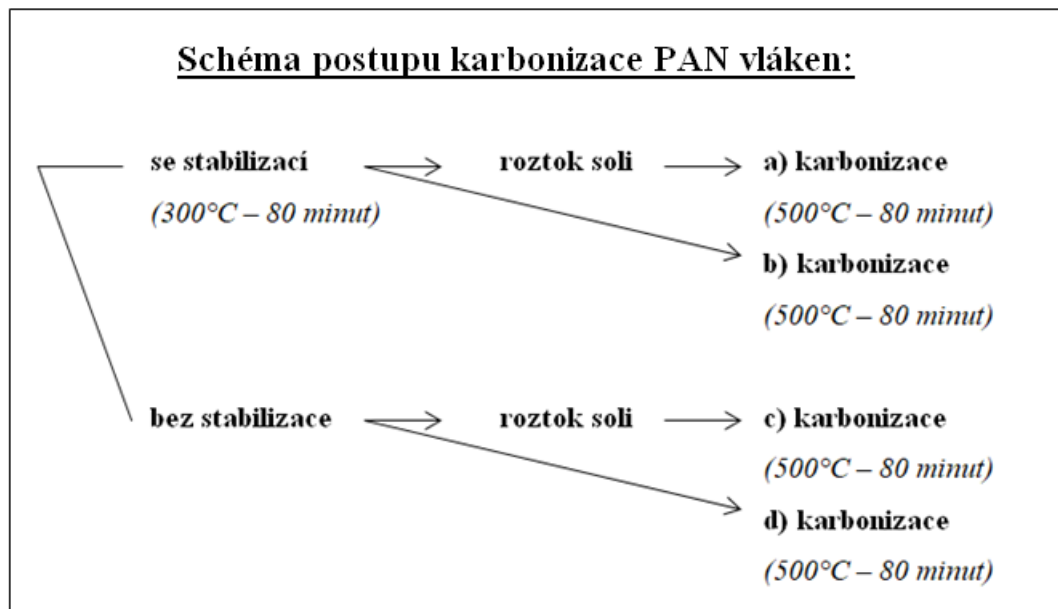


Obrázek č. 37 – Polyakrylonitrilová tkanina - prášek



Obrázek č. 38 – Polyakrylonitrilová tkanina - prášek

Po karbonizaci v peci byla na jednotlivých vzorcích pomocí methylenové modře testována jejich sorpční schopnost. Výsledky jsou zaznamenány v tabulkách č. 17, 18. Pro lepší přehlednost, bylo vytvořeno schéma na obr. č. 39.



Obrázek č. 39 – Schéma postupu karbonizace PAN vláken

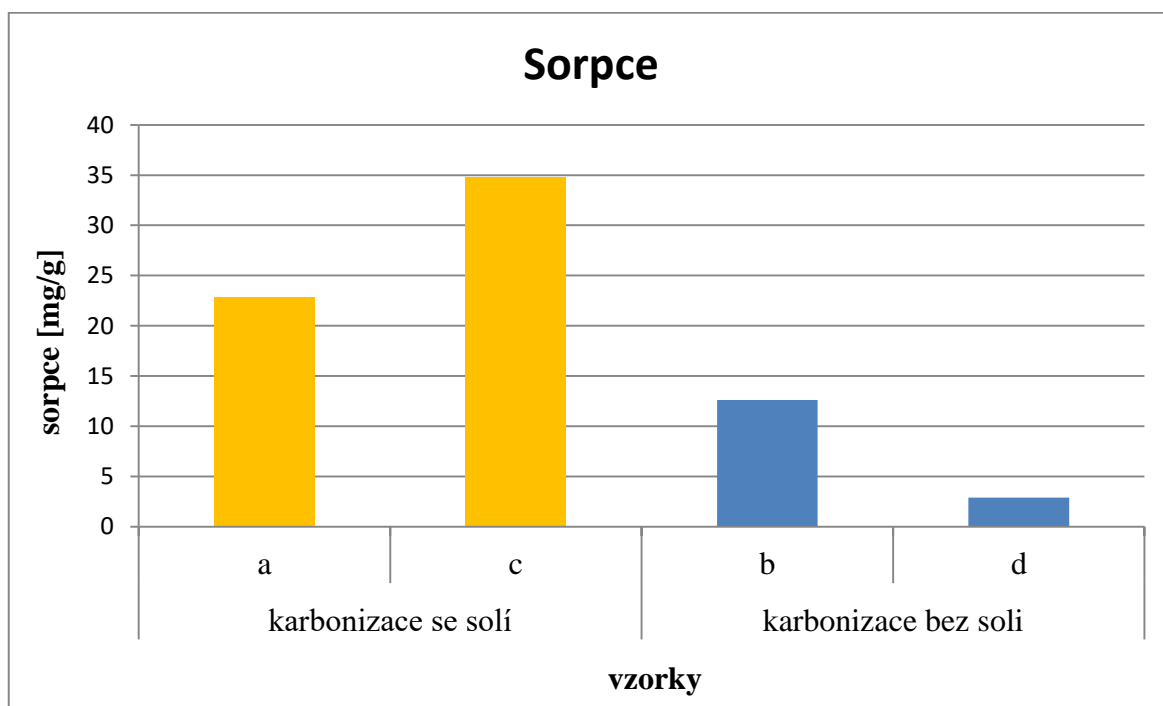


Tabulka č. 17 – Měření sorpce karbonizovaných vláken PAN se solí

<b>Sorpce- karbonizace PAN se solí</b>			
		<b>a) stabilizace -&gt; sůl -&gt; karbonizace</b>	<b>c) sůl -&gt; karbonizace</b>
absorbance	pokus č. 1	0,853	0,798
	pokus č. 2	0,862	0,784
	pokus č. 3	0,858	0,792
	pokus č. 4	0,852	0,783
průměrná absorbance		0,856	0,789
směrodatná odchylka		0,005	0,007
hodní mez 95%		0,862	0,798
dolní mez 95%		0,851	0,781
slepý pokus		0,985	0,985
vytažení [%]		13,07	19,87
<b>sorpce [mg/g]</b>		<b>22,87</b>	<b>34,78</b>

Tabulka č. 18 – Měření sorpce karbonizovaných vláken PAN bez soli

<b>Sorpce- karbonizace PAN bez soli</b>			
		<b>b) stabilizace -&gt; karbonizace</b>	<b>d) karbonizace</b>
absorbance	pokus č. 1	0,912	0,972
	pokus č. 2	0,910	0,965
	pokus č. 3	0,922	0,971
	pokus č. 4	0,912	0,967
průměrná absorbance		0,914	0,969
směrodatná odchylka		0,005	0,003
horní mez 95%		0,920	0,973
dolní mez 95%		0,908	0,965
slepý pokus		0,985	0,985
vytažení [%]		7,21	1,65
<b>sorpce [mg/g]</b>		<b>12,61</b>	<b>2,89</b>



Obrázek č. 40 – Sorpce (popis dle obr. 39)

U všech vzorků ponořených v tavenině solí byla prokázána vyšší sorpční schopnost. Nejlepší sorpční schopnost byla vyhodnocena u vzorku, který byl ponořen v soli bez předchozí stabilizace a následně byl karbonizován v peci a z kterého se stal prášek.

Po karbonizaci v peci byly vzorky ještě zváženy a tím byla sledována i hmotnostní výtěžnost jednotlivých postupů. Výsledky jsou zaznamenány v tabulkách č. 19, 20. Hmotnosti byly porovnávány s původním vzorkem akrylu o hmotnosti 0,290 g.

*Tabulka č. 19 - Hmotnostní výtěžnost- vzorky se solí*

<b>Hmotnost- karbonizace PAN se solí</b>			
		<b>a) stabilizace -&gt; sůl -&gt; karbonizace</b>	<b>c) sůl -&gt; karbonizace</b>
hmotnostní výtěžnost [g]	pokus č. 1	0,255	0,233
	pokus č. 2	0,255	0,234
	pokus č. 3	0,257	0,234
	pokus č. 4	0,257	0,235
průměrná výtěžnost [g]		0,256	0,234
<b>průměrná výtěžnost [%]</b>		<b>88,3</b>	<b>80,7</b>

Tabulka č. 20 - Hmotnostní výtěžnost- vzorky bez soli

<b>Hmotnost- karbonizace PAN bez soli</b>			
		<b>b) stabilizace -&gt; karbonizace</b>	<b>d) karbonizace</b>
hmotnostní výtěžnost [g]	pokus č. 1	0,181	0,172
	pokus č. 2	0,182	0,170
	pokus č. 3	0,183	0,171
	pokus č. 4	0,182	0,171
průměrná výtěžnost [g]		0,182	0,171
<b>průměrná výtěžnost [%]</b>		<b>62,8</b>	<b>59,0</b>

Všechny vzorky ponořené v tavenině solí měli vyšší hmotnosti a tím i vyšší výtěžnost uhlíku. Jako nejlepší byl vyhodnocen vzorek, který byl nejprve stabilizovaný, poté ponořen v tavenině solí a následně karbonizovaný.

## ZÁVĚR

V diplomové práci byl zkoumán a ověřen účinek směsi solí jako nehořlavé úpravy a byl optimalizován postup stabilizace vláken za použití alobalu.

V experimentální části byl nejprve zkoušen účinek nově vyvinuté metody stabilizace vláken pomocí utěsnění vzorků alobalem a zatížení keramickou deskou. Stabilizace byla zkoušena při teplotě 200 °C, 250 °C a 300 °C při různých dobách působení. Výsledkem stabilizace se ukázalo, že se vlivem stoupající teploty a doby působení se vzorky zmenšily a jejich hmotnosti se snížily. Jako nejlepší byla vyhodnocena teplota 300 °C po dobu působení 80 minut. Všechny vzorky byly dokonale černé, stabilizované a nerozpadaly se. Tato nově vyvinutá technologie stabilizace vzorků se ukázala jako velmi dobrá, oproti vzorkům bez alobalu byla získána i vyšší výtěžnost uhlíku.

V další části byla testována karbonizace vzorků v peci za použití tavenin solí k ochraně vláken. Část vzorků byla předem stabilizována v sušárně při 300 °C po dobu působení 80 minut a část vzorků byla použita bez předchozí stabilizace. Všechny tyto vzorky byly vloženy do taveniny solí a následně karbonizovány v peci za teplot 400 °C, 450 °C, 500 °C a 550 °C.

Karbonizované vzorky vydržely působení vysokých teplot. Jako nejlepší byla vyhodnocena teplota 500 °C a 550 °C. Tato metoda se prokázala jako dobrá. Získali jsme uhlík ve formě, která je žádaná.

Dále byla testována sorpce methylenové modře na akrylu. Vzorky akrylu, které byly ponořené v taveně soli, dosáhly vyšší sorpce. Jako nejlepší byl vyhodnocen vzorek, který byl ponořen v soli a následně karbonizován v peci a vytvořil kulaté částice. Kulaté částice jsou využívány například pro sorpci plynů, čištění kapalin, vzduchu a odpadních vod. Kulaté částice se snáze aplikují, mimo jiné i na textilní nosiče.

V neposlední řadě u vzorků byla testována hmotností výtěžnost. Vzorky polyakrylonitrilu, které byly ponořené v soli, dosáhly vyšší výtěžnosti uhlíku. Vzorek, který dosáhl nejvyšší výtěžnosti uhlíku, byl nejprve stabilizován, poté ponořen do taveniny solí a následně karbonizován. U všech vzorků, kde byla použita tavenina solí, nedošlo ke spálení vláken, tím se projevilo pozitivní fungování směsi solí jako nehořlavé úpravy.

## Použité zdroje

- [1] GRÉGR J.: *Povrchové vlastnosti uhlíkových vláken*. Liberec: TUL FP KCH, 2004
- [2] SAVAGE G.: *Carbon-carbon composites*. New York: Chapman & Hall, 1993. ISBN 0412361507
- [3] *Uhlík* [online], 2000, [cit. 6.11.2017]. Dostupné z:  
[http://www.cojeco.cz/index.php?s\\_term=&s\\_lang=2&detail=1&id\\_desc=387724](http://www.cojeco.cz/index.php?s_term=&s_lang=2&detail=1&id_desc=387724)
- [4] HONZA J., A. MAREČEK: *Chemie pro čtyřletá gymnázia*. 3. přeprac. vyd. Olomouc: Nakladatelství Olomouc, 2002. ISBN 80-7182-141-1
- [5] GRÉGR J.: *Uhlíková vlákna*. Liberec: TUL FP KCH, 2002
- [6] STREBLOVÁ E.: *Souhrnné texty z chemie: pro přípravu k přijímacím zkouškám (přírodovědné obory, lékařství)*. 3. upr. vyd. Praha: Karolinum, 2013. ISBN 978-80-246-2135-7
- [7] *Uhlíková vlákna tvrdší než diamant* [online], 2010, [cit. 6.11.2017]. Dostupné z:  
<http://www.fyzmatik.pise.cz/442-uhlikova-forma-tvrdsi-nez-diamant.html>
- [8] *Výzkum grafenu* [online], 2010, [cit. 13.11.2017]. Dostupné z:  
[www.fyzweb.cz/clanky/index.php?id=155](http://www.fyzweb.cz/clanky/index.php?id=155)
- [9] *Grafen- material budoucnosti* [online], 2009, [cit. 13.11.2017]. Dostupné z:  
[www.fyzmatik.pise.cz/988-grafen-material-budoucnosti.html](http://www.fyzmatik.pise.cz/988-grafen-material-budoucnosti.html)
- [10] ŠTENGL V., J. BLUDSKÁ, T. M. GRYGAR: *Grafen na cestě z laboratoře do praxe - Časopis Vesmír* [online], 2012, [cit. 06.10.2018]. Dostupné z:  
<https://vesmir.cz/cz/casopis/archiv-casopisu/2012/cislo-7/grafen-ceste-z-laboratore-do-praxe.html>
- [11] Kolegium: Prvky IV. A skupiny, Projekt: *Inovace oboru Mechatronik pro Zlínský kraj* [online], [cit. 5.10.2018]. Dostupné z:  
<https://coptkm.cz/portal/reposit.php?action=0&id=20925&revision=-1&instance=5>
- [12] KOPEL P.: *Uhlíkové nanotransportéry terapeutických léčiv: certifikovaná metodika*. Brno: Mendelova univerzita v Brně, 2013. ISBN 978-80-7375-928-5
- [13] ZOLTEK: *Comercial carbon fiber* [online], [cit. 10.7.2017]. Dostupné z:  
<http://zoltek.com/carbon-fiber/how-is-carbon-fiber-made/>

- [14] MILITKÝ J.: *Nepolymerní vlákna*. Liberec: Technická univerzita v Liberci [online], [cit. 1.8.2017]. Dostupné z: [www.skripta.ft.tul.cz/databaze/list\\_pre.cgi?predmet=233&skripta=29&pro=](http://www.skripta.ft.tul.cz/databaze/list_pre.cgi?predmet=233&skripta=29&pro=)
- [15] MILITKÝ J.: *Textilní vlákna: klasická a speciální*. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2012. ISBN 978-80-7372-844-1
- [16] KOŘÍNEK Z.: *Vlákna pro kompozity* [online], [cit. 8.11.2017]. Dostupné z: [https://drive.google.com/file/d/0B8vQSuH1vI\\_vV115RHg1SIFPNW8/view](https://drive.google.com/file/d/0B8vQSuH1vI_vV115RHg1SIFPNW8/view)
- [17] LUKÁŠ D. a kol.: *Lékařské textilie*. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2009. ISBN 978-80-7372-475-7
- [18] DRAŠAROVÁ J.: *Ochranné oděvy / bariérové textilie* [online], [cit. 5.10.2017]. Dostupné z: <https://docplayer.cz/12089680-Ochranne-odevy-barierove-textilie-jana-drasarova.html>
- [19] *Airbus A380* [online], 2015, [cit. 2.12.2017]. Dostupné z: [www.rozhlas.cz/regina/denik/\\_zprava/na-letisti-vaclava-havla-pristalo-nejvetsi-osobni-letadlo-na-svete-obri-airbus-a380--1507705](http://www.rozhlas.cz/regina/denik/_zprava/na-letisti-vaclava-havla-pristalo-nejvetsi-osobni-letadlo-na-svete-obri-airbus-a380--1507705)
- [20] *Uhlíkové tkaniny Carbopree* [online], 2015, [cit. 3.12.2017]. Dostupné z: [www.minova.cz/download/2015/technicke-listy/cz/tl-tkaniny-carbopree.pdf](http://www.minova.cz/download/2015/technicke-listy/cz/tl-tkaniny-carbopree.pdf)
- [21] *Nová generace grafenových solárních článků* [online], 2015, [cit. 3.12.2017]. Dostupné z: [www.solarninovinky.cz/?technologie/panely/2015042104/miliardar-janecek-podporil-vyzkum-nove-generace-grafenovych-solarnich-clanku](http://www.solarninovinky.cz/?technologie/panely/2015042104/miliardar-janecek-podporil-vyzkum-nove-generace-grafenovych-solarnich-clanku)
- [22] SMÍŠEK M.: *Aktivní uhlí*. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1964.
- [23] ASME DC: *Experimental Investigation to the Properties of Eutectic Salts by NaCl-KCl-ZnCl<sub>2</sub> for Application as High Temperature Heat Transfer Fluids* [online], 2004, [cit. 6.12.2017]. Dostupné z: [www.proceedings.asmedigitalcollection.asme.org/proceeding.aspx?articleid=1920627&resultClick=3](http://www.proceedings.asmedigitalcollection.asme.org/proceeding.aspx?articleid=1920627&resultClick=3)
- [24] PIVOKONSKY M.: *Adsorpce při úpravě vody* [online], [cit. 6.12.2017]. Dostupné z: [www.pivokonsky.wz.cz/UV/uprava\\_vod\\_8.pdf](http://www.pivokonsky.wz.cz/UV/uprava_vod_8.pdf)
- [25] MLEZIVA J.: *Polymery - výroba, struktura, vlastnosti a použití*. Praha: Sobotáles, 1993. ISBN 80-901570-4-1
- [26] DuPont: *Technical Guide Kevlar® Aramid Fiber* [online], 2000,

- [cit. 2.12.2017]. Dostupné z:  
[http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/fabrics-fibers-and-nonwovens/fibers/documents/Kevlar\\_Technical\\_Guide.pdf](http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/fabrics-fibers-and-nonwovens/fibers/documents/Kevlar_Technical_Guide.pdf)
- [27] *Vlákna z přírodních polymerů* [online], 2000, [cit. 9.9.2018]. Dostupné z:  
<https://docplayer.cz/2070754-Vlakna-z-prirodnich-polymeru.html>
- [28] MILITKÝ J., *Textilní vlákna: klasická a speciální*. Liberec: Technická univerzita v Liberci, 2002. ISBN 80-7083-644-X
- [29] HLADÍK V.: *Textilní vlákna: vysokoškolská příručka*. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1970.
- [30] BMT Medical Technology s.r.o.: *Venticell* [online], 2008, [cit. 12.10.2017].  
Dostupné z: [www.bmt.cz/venticell](http://www.bmt.cz/venticell)
- [31] VOHLÍDAL J., A. JULÁK, K. ŠTULÍK. *Chemické a analytické tabulky*. Praha: Grada, 1999. ISBN 80-7169-855-5
- [32] Elektrické pece Svoboda- *Laboratorní pece* [online], [cit. 12.10.2017]. Dostupné z: [www.elpece.cz/5459/pece-laboratorni-vysokoteplotni/](http://www.elpece.cz/5459/pece-laboratorni-vysokoteplotni/)
- [33] Lamdah Tech- Centurion: *EBA 20* [online], 2014, [cit. 2.12.2017]. Dostupné z:  
<http://lambdatech-ae.com/en/Products/c/55de08a741f77/?cat=97>



## Seznam obrázků

- Obrázek č. 1: Vnitřní struktura grafitu
- Obrázek č. 2: Vnitřní struktura plátu grafénu
- Obrázek č. 3: Vnitřní struktura diamantu
- Obrázek č. 4: Vnitřní struktura lonsdaleitu
- Obrázek č. 5: Vnitřní struktura fullerenu  $C_{60}$
- Obrázek č. 6: Polyakrylonitril
- Obrázek č. 7: Polyakrylonitril
- Obrázek č. 8: Bavlna
- Obrázek č. 9: Bavlna
- Obrázek č. 10: Viskóza
- Obrázek č. 11: Sušárna Venticell
- Obrázek č. 12: Rychlost ohřevu pece
- Obrázek č. 13: Laboratorní pec
- Obrázek č. 14: Číslicový multimetr
- Obrázek č. 15: Filtrovací zařízení
- Obrázek č. 16: Centrifuga Hettich EBA 20
- Obrázek č. 17: Spekol 11
- Obrázek č. 18: Hmotnost akrylu chráněného alobalem
- Obrázek č. 19: Hmotnost bavlny chráněné alobalem
- Obrázek č. 20: Hmotnost viskózy chráněné alobalem
- Obrázek č. 21: Hmotnost akrylu bez ochrany alobalem
- Obrázek č. 22: Hmotnost bavlny bez ochrany alobalem
- Obrázek č. 23: Hmotnost viskózy bez ochrany alobalem
- Obrázek č. 24: Stabilizovaný a nestabilizovaný vzorek ve směsi soli
- Obrázek č. 25: Karbonizované vzorky po 400°C
- Obrázek č. 26: Karbonizované vzorky po 450°C
- Obrázek č. 27: Karbonizované vzorky po 500°C
- Obrázek č. 28: Karbonizované vzorky po 550°C
- Obrázek č. 29: Karbonizované vzorky po 600°C
- Obrázek č. 30: Původní tkanina polyakrylonitrilu
- Obrázek č. 31: Původní tkanina polyakrylonitrilu
- Obrázek č. 32: Polyakrylonitrilová tkanina
- Obrázek č. 33: Polyakrylonitrilová tkanina

- Obrázek č. 34: Polyakrylonitrilová tkanina
- Obrázek č. 35: Polyakrylonitrilová tkanina
- Obrázek č. 36: Polyakrylonitrilová tkanina- prášek
- Obrázek č. 37: Polyakrylonitrilová tkanina- prášek
- Obrázek č. 38: Polyakrylonitrilová tkanina- prášek
- Obrázek č. 39: Schéma postupu karbonizace PAN vláken
- Obrázek č. 40: Sorpce (popis dle obr. 39)

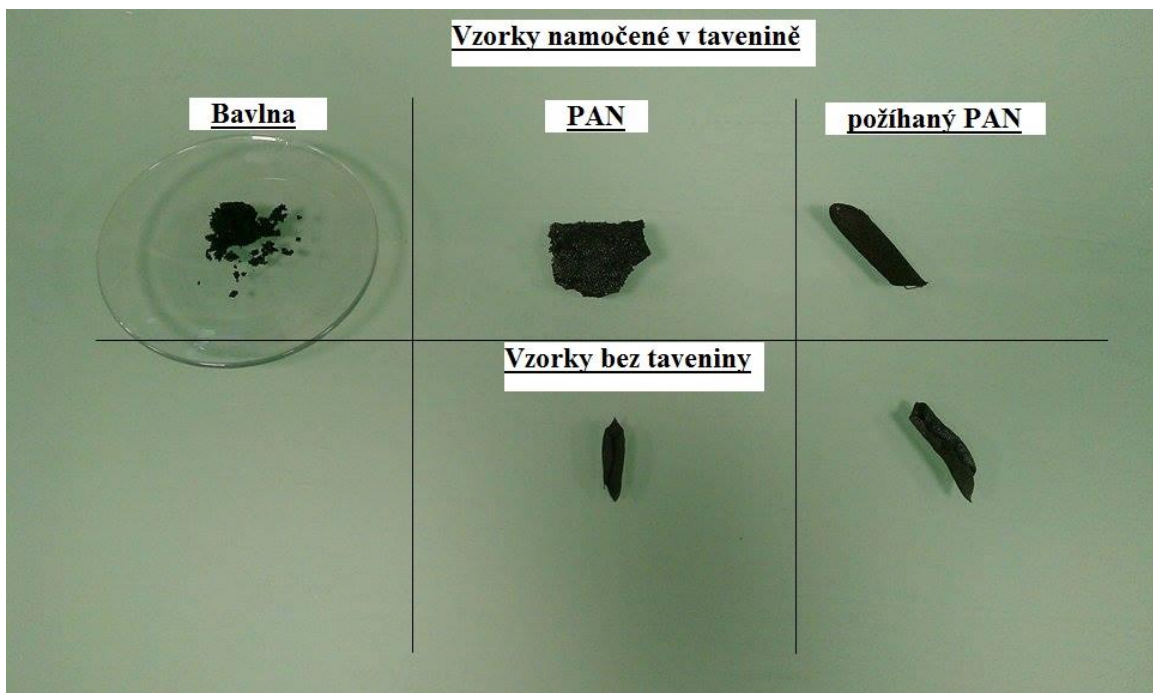
## Seznam tabulek

Tabulka č. 1	Vlastnosti diamantu, grafitu a fullerenu C <sub>60</sub>
Tabulka č. 2	Příprava směsi solí
Tabulka č. 3	Vlastnosti materiálu po ponoření v soli
Tabulka č. 4	Zahřívání směsi solí
Tabulka č. 5	Slepý pokus
Tabulka č. 6	Vzorky po vyndání z pece
Tabulka č. 7	Zkouška žihání
Tabulka č. 8	Hmotnost akrylu chráněného alobalem
Tabulka č. 9	Zmenšení akrylu po stabilizaci
Tabulka č. 10	Hmotnost bavlny chráněné alobalem
Tabulka č. 11	Zmenšení bavlny po stabilizaci
Tabulka č. 12	Hmotnost viskózy chráněné alobalem
Tabulka č. 13	Zmenšení viskózy po stabilizaci
Tabulka č. 14	Hmotnost akrylu bez ochrany alobalem
Tabulka č. 15	Hmotnost bavlny bez ochrany alobalem
Tabulka č. 16	Hmotnost viskózy bez ochrany alobalem
Tabulka č. 17	Měření sorpce karbonizovaných vláken se solí
Tabulka č. 18	Měření sorpce karbonizovaných vláken bez soli
Tabulka č. 19	Hmotnostní výtěžnost- vzorky se solí
Tabulka č. 20	Hmotnostní výtěžnost- vzorky bez soli

## Seznam příloh

Příloha 1:	Obrázek celkového srovnání vzorků z pece
Příloha 2:	Obrázek vzorků po karbonizaci

**Příloha č. 1- Celkové srovnání vzorků z pece**



**Příloha č. 2- Vzorčky po karbonizaci z pece**

