

Příloha č. 2
Předběžné pokusy

Předběžné pokusy

První předběžné zkoušky byly provedeny se solem s označením Si4 běžně používaným pro přípravu vrstev s obsahem 6 g SiO₂/100 ml solu. Jeho složení je uvedeno v tab. 1. Následně byly připraveny soly s co nejvyšším obsahem oxidu křemičitého, který je limitován přibližně 16 g SiO₂/100 ml solu z důvodu relativně nízkého obsahu křemíku v alkoxidu a nutností přídavku alkoholu jako rozpouštědla pro zajištění vzniku pravého roztoku s přidanou vodou v první fázi přípravy. Složení těchto solů s označením J1 a J2 je uvedeno v tab. 1.

Tabulka 1 – Složení výchozích roztoků pro předběžné experimenty.

Označení	Si4	J1	J2
(C ₂ H ₅ O) ₄ Si TEOS [ml]	111,6	50	50
C ₃ H ₇ OH IPA [ml]	366	30	20,7
C ₂ H ₅ OH [ml]	-	-	-
HCl 36 % [ml]	-	0,2	0,2
HCl 2 mol.dm ⁻³ [ml]	0,25	-	-
H ₂ O [ml]	22,25	12	15
SiO ₂ [g/100 g roztoku]	7,25	16,32	17,22
SiO ₂ [g/100 ml roztoku]	6,00	14,59	15,66
k	2,53	3,2	3,76
Molární poměr IPA/SiO ₂	9,6	1,75	1,21
Molární poměr kyselina/SiO ₂	0,001	0,01	0,01

Pro zvýšení viskozity roztoků byl zkoušen přídavek různých polymerů lišících se vedle chemického složení i průměrnou molekulovou hmotností. V literatuře je pro tento účel popsána řada přídavků. Zkoušeny byly polyethylenoxid (PEO, MW = 400000), oxycelulosa (bez bližší specifikace), polyvinylalkohol (ERKOL 23/88 a ERKOL 29/99),

polyethylenglykol (1000, 6000, 8000, SLOVAPEG 1500 a SLOVAPEG 4000) a polyvinylpyrrolidon (K 90 powder, MW = 360000, Sigma-Aldrich).

Předběžné pokusy - výsledky

Předběžné pokusy se solem označeným Si4 s obsahem 6 g SiO₂/100 ml roztoku i se soly připravenými s co nejvyšším obsahem oxidu křemičitého, nebyly úspěšné. Pravděpodobným důvodem neúspěšného zvlákňování byla nízká viskozita. Zvýšení viskozity solů přidavkem různých polymerů lišících se vedle chemického složení i průměrnou molekulovou hmotností nebylo úspěšné. Většina zkoušených polymerů nebyla v bezvodém izopropylalkoholu rozpustná. Dostatečně rozpustné byly pouze polyethylenoxid, polyvinylpyrrolidon a polyethylenglykol 1000. Jak přidavkem polyetylenoxidu, tak polyvinylpyrrolidonu, vznikl výchozí pravý roztok s výrazně zvýšenou viskozitou. Po několika minutách však během hydrolyzačních reakcí alkoxidu spotřebovávajících přidanou vodu v obou případech došlo k vypadnutí polymeru z roztoku ve formě klků a výraznému snížení viskozity na úroveň roztoku bez přidavku polymeru. Opakované zkoušky s různými obsahy polymerů a různými postupy přípravy byly neúspěšné a vždy vznikly nerozpustné sraženiny. Polyethylenglykol 1000 se rozpustil až za tepla a zvýšení viskozity roztoku nebylo patrné. Proto byly pokusy se zahušťováním roztoků přidavkem organických polymerů zastaveny.