



(11) **Número de Publicação:** PT 88397 B

(51) **Classificação Internacional:** (Ed. 5)  
D01F009/145 A

**(12) FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

|  |   |  |
|--|---|--|
| (22) <b>Data de depósito:</b> 1988.09.01                   | (73) <b>Titular(es):</b><br>E.I. DU PONT DE NEMOURS AND CO.<br>- ESTADO DE DELAWARE | US   |
| (30) <b>Prioridade:</b> 1987.09.02 US 092217               |   |  |
| (43) <b>Data de publicação do pedido:</b><br>1989.07.31    | (72) <b>Inventor(es):</b><br>ROBERT GUY PARRISH                                     | US   |
| (45) <b>Data e BPI da concessão:</b><br>10/94 1994.10.12   |   |  |
| (54) <b>Epígrafe:</b> FIBRAS DE CARBONO DE PEZ E ALMOFADAS |   | (74) <b>Mandatário(s):</b><br>ANTÓNIO LUIS LOPEZ VIEIRA DE SAMPAIO<br>RUA DE MIGUEL LUPI 16 R/C 1200 LISBOA PT |

(57) **Resumo:**

[Fig.]

P. J. n° 88.394

4.

E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

---

"FIBRAS DE CARBONO DE PEZ E ALMOFADAS"

Enquadramento Geral da Invenção

A fiação centrifuga de fibras de pez é conhecida na técnica. Pode fazer-se referência a vários métodos, tipos de aparelhos e espécies de pez empregados. Em alguns casos, as práticas da técnica anterior têm como resultado a obtenção de fibras de grandes diâmetros ou de fibras com propriedades mecânicas relativamente fracas. Outras têm como resultado uma pequena produtividade ou a obtenção de fibras com micro-estrutura não detectável.

Constitui um objectivo da presente invenção produzir, com elevados rendimentos de produção, fibras de carbono de pez com um pequeno valor do número de denier de micro-estrutura definida que são particularmente úteis como reforço em compósitos de matriz de polímeros e para a melhoria das suas condutividades térmica e eléctrica.

Desenhos

A Figura 1 é uma vista esquemática de um aparelho de fiação e assentamento para a preparação dos

produtos de acordo com a presente invenção.

A Figura 2 é uma vista em corte transversal do rotor de fiação representado na Figura 1, com o corte feito por um plano que inclui o eixo do veio de accionamento.

A Figura 3 representa uma vista ampliada de uma outra forma de realização do lábio do rotor, no qual as fibras de pez são fiadas.

A Figura 4 é uma fotomicrografia com microscópio electrónico de varrimento (SEM) de uma superfície definitiva de fractura da fibra, observada nas secções transversais da fibra de produtos de acordo com a presente invenção. Esta figura foi obtida com o produto do Exemplo 1.

A Figura 5 é uma fotomicrografia com SEM de um enchumado (almofada) autoligado produzido de acordo com a presente invenção e semelhante ao produzido no Exemplo 1.

As Figuras 6a a 6c são microfotografias com SEM de superfícies de fractura da fibra representativas dos produtos de acordo com a presente invenção e são obtidas do Exemplo 3.

#### Sumário da Invenção

A presente invenção proporciona um enchumado de fibras de carbono dispostas ao acaso de pez mesofásico fiado centrifugamente, tendo as referidas fibras predominantemente na secção transversal uma largura menor do

que cerca de 12 micrómetros e uma superfície de fractura que exibe uma microestrutura lamelar composta de lamelas dispostas numa relação isoclínica e dispostas numa direcção geralmente paralela a um eixo de secção transversal, prolongando-se as lamelas até à periferia da secção transversal da fibra.

As fibras que constituem o enchumaço podem ser ligadas umas às outras. A invenção refere-se ainda a um processo para a preparação dessas fibras e enchumeços, assim como a compósitos reforçados com essas fibras e enchumaços ou respectivos fragmentos.

#### Descrição Pormenorizada da Invenção

De acordo com a presente invenção, obtém-se, de uma maneira económica, fibras de carbono de um número de denier fino, com uma única microestrutura lamelar de pez mesofásico fiado centrifugamente. Em geral, as fibras têm uma largura de secção transversal menor do que cerca de 12 micrómetros, usualmente entre cerca de 2 e 12 micrómetros. O denier real dessas fibras depende da densidade, assim como do tamanho da fibra particular que pode, no caso de estruturas fortemente grafíticas (massa volúmica  $> 2,0 \text{ g/cm}^3$ ), exceder numericamente 1,0 denier por filamento (dpf). As larguras das fibras são variáveis e podem medir-se numa microfotografia com SEM de ampliação conhecida. Os comprimentos da fibra são também variáveis e, preferivelmente, ultrapassam cerca de 10 milímetros de comprimento.

As fibras podem ter "cabeças", isto é, um segmento da extremidade com um diâmetro ou uma largura que é maior do que a parte restante ou a "média" da fibra. Prefere-se que estas "cabeças" sejam minimizadas por causa de não adicionarem valia na maior parte das aplicações para usos finais. As "cabeças" devem ser ignoradas ao fazer medições das dimensões da fibra, especialmente das larguras. O tamanho e a forma das "cabeças" são influenciados pelo nível de força na fiação, pela temperatura de fiação, pela natureza do pez, pela máquina de fiação e também podem ser influenciados pelas condições de arrefecimento rápido.

Por "pez mesofásico" significa-se um pez carbonáceo derivado ou de petróleo ou de alcatrão de carvão, que tem um teor de mesofase de, pelo menos, cerca de 40%, determinado opticamente utilizando microscopia de luz polarizada. O pez mesofásico é bem conhecido na técnica e os vários tipos são descritos, "inter alia", na patente de invenção norte-americana Número 4 005 183 (concedida a Singer) e na patente de invenção norte-americana Número 4 208 267 (concedida a Diefendorf e Riggs).

As fibras preparadas a partir de pez isotrópico fiado centrifugamente não apresentam, geralmente, uma microestrutura discernível, são dificeis de estabilizar e, muitas vezes, possuem propriedades mecânicas relativamente fracas. Pelo contrário, as fibras de acordo com a presente invenção apresentam superfícies de fractura com uma microestrutura lamelar ou em camadas distintas facilmente observada

4.

quando essas superfícies de fractura são observadas com ampliações de 5 000 vezes ou maiores, especialmente depois de as fibras terem sido expostas a temperaturas superiores a cerca de 2 000°C. As lamelas são dispostas numa direcção geralmente paralela a um eixo (geralmente o eixo maior) da secção transversal e prolongam-se até à sua periferia. Acredita-se que esta microestrutura é uma evidência de um grau muito elevado de ordem estrutural e de perfeição e ainda que essa estrutura muito ordenada explica a melhor condutividade térmica e eléctrica dessas fibras.

O processo empregado na preparação dos produtos de acordo com a presente invenção consiste essencialmente em fiar centrifugamente um pez mesofásico, a elevadas temperaturas, sobre um lábio, com forças centrífugas superiores a duzentas vezes a força de gravidade (isto é, maiores do que "200 g"). As fibras tal como fiadas são recolhidas usualmente sob a forma de um enxumaco que tem uma densidade por unidade de área compreendida entre 15 e 600 gramas por metro quadrado ("g/m<sup>2</sup>"), com as fibras dispostas ao acaso no plano do enxumaco. É desejável não ultrapassar uma densidade superficial de 600 g/m<sup>2</sup>, para se evitarem "pontos quentes" durante a subsequente operação de estabilização por oxidação. Julga-se que a utilização de pez mesofásico é crítica. Também se supõe ser importante que o pez seja fiado sem qualquer restrição circumferencial, tal como por cima de um lábio, a fim de permitir o escoamento em extensão de uma película planar orientada pelo corte do pez fundido. A fiação centrífuga convencional de pez através

de orifícios de confinação ou de formação, por exemplo, furos, geralmente limita a produção, proporciona fibras maiores e, com pez muito mesofásico, a continuidade da fiação muitas vezes pode ser limitada por entupimento. Essa fiação também não tem como resultado a microestrutura de fibras lamelares. Por exemplo, o uso de pez mesofásico na fiação centrífuga convencional (patente de invenção britânica Número 2 095 222A) tem como resultado a obtenção de uma microestrutura de "mosaico ao acaso".

O termo "lábio", tal como é utilizado antes, descreve uma margem ou uma abertura que não restringe, confina ou de qualquer outro modo deforma o pez fundido à medida que ele sai do aparelho de fiação. A fiação centrífuga de pez mesofásico sobre um lábio requer temperaturas de fiação relativamente elevadas e forças centrífugas também relativamente elevadas a fim de produzir fibras com um denier fino.

Verificou-se serem úteis forças centrífugas de, pelo menos, 200 g, preferivelmente, maiores do que 1 000 g e da ordem de 15 000 g. Se a força centrífuga ou a temperatura durante a fiação forem demasiadamente pequenas, podem produzir-se apenas partículas em vez de fibras. A natureza do pez e a configuração particular do dispositivo de fiação determinam as condições óptimas de fiação. Para a fiação, devem empregar-se temperaturas do rotor de, pelo menos,  $100^{\circ}\text{C}$  acima do ponto de fusão do pez. Para a fiação verificou-se serem úteis temperaturas de, pelo menos,  $375^{\circ}\text{C}$ , pre-

ferivelmente, dentro do intervalo de 450° a 525°C. Devem evitarse também temperaturas excessivamente elevadas visto que elas originam a formação de coque. Um pez que tem um teor mesofásico igual a cerca de 100% requer, geralmente, uma temperatura de fiação mais alta do que um pez de menor teor mesofásico. A viscosidade de fusão do pez é normalmente determinada pela extensão com que a temperatura de fiação ultrapassa o ponto de fusão do pez.

As fibras de acordo com a presente invenção são vantajosamente preparadas sob a forma de enchumaços. Podem produzir-se enchumaços com uma larga gama de densidades superficiais para as finalidades de utilização de reforço contempladas na presente memória descritiva, que devem estar compreendidas entre 15 e 600 g/m<sup>2</sup>. Para preparar os enchumaços, as fibras são centrifugamente fiadas numa zona de recolha e são então vantajosamente dirigidas para uma correia porosa móvel. As fibras são normalmente distribuídas ao acaso dentro do plano do enchumaço, isto é, não apresentam qualquer distribuição particular. A densidade por unidade de área ou o peso de base do enchumaço podem variar por meio da velocidade de deposição do pez sobre a correia (taxa de produção do pez) ou, preferivelmente, ajustando a velocidade da correia móvel ou de outros meios de recolha.

Depois de se fiarem e recolherem as fibras sob a forma de enchumaço, o enchumaço de fibras tal como são fiadas é submetido a estabilização. Surpreendentemente, esta operação realiza-se com uma velocidade muito maior do

que a normalmente esperada com fibras de carbono de pez fiadas convencionalmente. A invenção permite a utilização de temperaturas de estabilização mais baixas e de períodos de estabilização mais curtos. Caso se pretenda, as condições de estabilização, por exemplo, temperaturas mais elevadas, podem ser empregadas para se conseguir a auto-ligaçāo das fibras do enchumaço tal como fiadas nos seus pontos de contacto ou de cruzamento. A estabilização efectua-se normalmente aquecendo ao ar a temperaturas compreendidas entre 250° e 380°C durante um intervalo de tempo apropriado para permitir a pré-carbonização sem fusão. Dependendo da temperatura de estabilização, as fibras do enchumaço manter-se-ão livres umas em relação às outras ou podem ser posteriormente separadas. Para temperaturas de estabilização mais altas, verificar-se-á a auto-ligaçāo. A auto-ligaçāo pode ser facilitada utilizando restrição lateral, tal como a colocação do enchumaço entre peneiros com uma compressão mínima para compensar as forças de encolhimento. Nestas condições, resulta da auto-ligaçāo uma rede unitária tridimensional de fibras que, depois da carbonização, origina uma estrutura apropriada para a impregnação. O enchumaço auto-ligado pode ser cortado em fragmentos fibrosos (mistura de fibras lineares e fragmentos ligados com a forma de "X", "Y", etc) e pode ser empregado como material de reforço. Para facilidade de processamento, podem combinar-se enchumaços apropriadamente estabilizados. Por exemplo, podem assentar-se enchumaços e pespontar-se para evitar a sua deslaminação e, em seguida, ser processados conven-

cionalmente.

Depois da estabilização, as fibras ou os enchumaços são desvolatilizados ou "pré-carbonizados" no seio de uma atmosfera de gás inerte (azoto, argon, etc) a temperaturas compreendidas entre 800° e 1 500°C, preferivelmente, entre 800° e 1 000°C. Esta operação liberta as fibras do oxigénio absorvido na estabilização de maneira controlada. Os enchumaços desvolatilizados podem ser carbonizados por radiação de micro-ondas. Ordinariamente, as fibras e os enchumaços são carbonizados ou carbonizados e grafitizados de acordo com maneiras de proceder conhecidas na técnica, isto é, a temperaturas compreendidas entre cerca de 1 600° e 3 000°C, numa atmosfera inerte, durante um intervalo de tempo de pelo menos um minuto.

É a fibra carbonizada ou carbonizada e grafitizada que apresenta a estrutura lamelar referida antes. Os enchumaços podem ser tratados superficialmente por métodos conhecidos para melhorar a adesão da fibra à matriz em aplicações finais de compósitos. As fibras do enchumaço podem ser ligadas umas às outras através da utilização de um adesivo e esses enchumaços ligados podem ser assentes e, adicionalmente, ligados uns aos outros. Caso se pretenda, as fibras ou os enchumaços podem ser combinados com outras fibras (por exemplo, vidro, aramida, etc.) ou enchumaços para proporcionar enchumaços "híbridos", laminados mistos, etc.

### Descrição das Figuras

Fazendo referência à Figura 1, o pez sólido é introduzido (com medição) no rotor de fiação (1) por meio de alimentadores (2) que, na forma de realização representada, são constituídos por um alimentador de parafuso. O rotor de fiação (1) está montado no veio de accionamento (3), que, por sua vez, é accionado a elevadas velocidades de rotação pelo conjunto de accionamento (4). O rotor de fiação (1) é rodeado por meios de aquecimento (5) que, nesta forma de realização, são constituídos por uma bobina de indução eléctrica. O pez é fundido no rotor (1) por meio dos aquecedores (5) e fiado centrifugamente com formação de fibras, cuja trajectória é representada por setas (6) para dentro de meios de recolha (7), um recipiente cônico instalado em volta do rotor (1) com o vértice colocado verticalmente por baixo do rotor. O vértice é ligado a um canal de saída. O diâmetro máximo do recipiente cônico deve ser, pelo menos, igual a cinco a doze vezes maior do que o do rotor. O recipiente é coberto (a tampa não é representada) com excepção de aberturas que permitem a introdução de um gás, por exemplo, ar ou azoto, que pode ou não ser aquecido, perifericamente no topo e também através de uma abertura por cima e que rodeia o rotor. Uma correia transportadora sem fim de rede (8) é colocada no percurso do canal de saída, que é ligado a uma fonte de vácuo (9). Enquanto as fibras são recolhidas sob a forma de um enchumaço ao acaso (10) sobre a correia (8), o gás que passa através do enchumaço (10)

controla a deposição de fibras.

As fibras tais como são assentes no enxumeço são de comprimento relativamente curto. Verificou-se que uma velocidade de alimentação decrescente ou uma produção decrescente originava fibras de comprimento maior. A temperatura do pez pode ser ajustada pelos meios de aquecimento externos (por exemplo, a bobina de indução), alterando dessa forma a sua viscosidade.

Utilizaram-se com êxito rotores que têm um diâmetro igual a cerca de 7,6 centímetros (3 polegadas). Caso se pretenda, podem-se introduzir gases de arrefecimento para acelerar ou atrasar a solidificação do pez fundido, depois de sair do rotor, num dispositivo de fiação.

Fazendo referência à Figura 2, o rotor (1) é ligado ao veio de accionamento (3). O veio de ligação (12) suporta a chapa deflectora (13) que evita o arrefecimento do pez em virtude do contrafluxo do meio de arrefecimento. O rotor (1) tem uma câmara superior (15) separada da câmara inferior (16) pela teia (17) que contém furos (18) de alimentação do pez regularmente distanciados perifericamente. A parede interior (19) da câmara inferior está colocada segundo um ligeiro ângulo, tipicamente 10 graus, em relação à vertical [isto é, em relação ao eixo do veio de accionamento (3)] para garantir o espalhamento uniforme do pez fundido a partir dos furos (18) ao longo da parede (19) para o lábio de fiação (14). Em funcionamento, o pez sólido é alimentado à câmara superior (15) na qual funde e escorre

através de furos (18) para a câmara inferior (16) e escorre ao longo da parede (19) para o lábio de fiação (14), no qual as forças centrifugas fiam o pez fundido para fora do lábio (14) com a forma de fibras para dentro de meios de recolha (7) representados na Figura 1. As fibras são arrefecidas rapidamente pelo gás que entra na câmara de recolha (7) e dirigem-se para a correia de rede (8) da Figura 1. A força centrífuga que actua sobre o pez fundido no lábio (14) é uma função do diâmetro do rotor (1) e de velocidade de rotação deste último.

Fazendo referência à Figura 3, nela está representada uma vista ampliada da chapa deflectora (13) e do lábio de fiação arqueado (30) do rotor (1). Esta forma arqueada característica acredita-se que inibe a acumulação de pez na vizinhança do lábio e a subsequente degradação do pez que, caso contrário, teria efeito adverso sobre a continuidade da fiação.

A Figura 4, mostra, em secção transversal, a superfície de fractura de uma fibra de pez fiada centrífugamente a partir de um lábio, de acordo com as considerações anteriormente feitas. A fibra foi seccionada (cortada) com uma lâmina de corte inclinada para mostrar melhor as características da microestrutura e, em seguida, fez-se uma fotografia com microscópio electrónico de varrimento com a ampliação de 5 000 vezes.

A estrutura lamelar é facilmente evidente. Globalmente, a secção transversal da fibra é elíptica, as

lamelas são geralmente paralelas ao eixo maior da elipse e prolongam-se até à periferia da fibra. O distanciamento lateral entre lamelas não parece ser regular mas grupos de lamelas tendem a ficar "paralelos" uns aos outros, geralmente numa relação isoclinica (isto é, que segue o contorno). A fibra representada na Figura 4 foi preparada no Exemplo 1 a uma temperatura de 215°C.

Fazendo referência à Figura 5, o enchumado auto-ligado do Exemplo 1 é representado fotomicrograficamente (microscópio electrónico de varrimento, 5 000 x). Observa-se uma estrutura que mostra uma ligação regular nos cruzamentos das fibras e contactos laterais.

Com referência às Figuras 6a a 6c, nelas estão representadas fotomicrografias adicionais de superfícies de fractura em secção transversal das fibras de acordo com a presente invenção, tiradas com as seguintes ampliações: a ampliação da Figura 6a é 7 000 x; 6b é 9 000 x; 6c é 10 000 x. As amostras das fibras foram obtidas de acordo com o Exemplo 3, descrito mais adiante na presente memória descriptiva. Cada uma das Figuras 6a - 6c mostra a microestrutura lamelar descrita em pormenor em ligação com a Figura 4. É também evidente que as características de microestrutura não são tão regulares como na Figura 4. Supõe-se que estas diferenças podem ser muitas vezes devidas a perturbações transitórias no escoamento de corte planar do pez fundido durante a fiação. Admite-se ainda que a estrutura "semelhante a ventilador" representada na Figura 6a não é a mais representativa dos produtos de acordo com a

presente invenção. Note-se que as fotomicrografias tiradas em pontos de ruptura (por exemplo, depois do ensaio da resistência à tracção) provavelmente não são representativas tendo a ruptura muitas vezes sido provocada por vazios, partículas ou outras disparidades atípicas. As marcas das lâminas podem ocasionalmente quebrar a superfície de fratura.

Os seguintes Exemplos são ilustrativos da presente invenção.

#### Exemplo 1

O pez foi preparado a partir de "alcatrão" térmico Lake Charles" (Conoco, Inc.), um resíduo de óleo pesado resultante do craqueamento térmico de gasóleo, por aquecimento com embebimento e espalhamento de azoto, para se obter um pez 85% mesofásico, tendo um ponto de amolecimento de 279°C e um ponto de fusão de 300°C. Este pez foi fiado centrifugamente a partir do rotor representado na Figura 2, com uma temperatura da parede do rotor aquecido por indução igual a 475°C. O rotor empregado tinha o diâmetro de 8,26 centímetros (3,25 polegadas), uma inclinação de 10° e roda-va a 10 000 rotações por minuto para originar uma força centrifuga de 4 600 g. O caudal mássico do pez pulverizado alimentado ao rotor era de 136 gramas (0,3 libra) por hora. A teia (17) tem doze orifícios de alimentação, cada um com 6,4 mm (1/4") de diâmetro. As fibras eram arrefecidas rapidamente com ar à temperatura ambiente, cuja corrente trans-

portava as fibras para uma rede de arame, para formar um enchumaço ao acaso bidimensional, cuja densidade superficial era de 80 gramas por metro quadrado.

Numa fase de processo separada, cortou-se uma amostra com cerca de 5, l x 10,2 centímetros (2" x 4") do enchumaço mencionado e colocaram-se entre redes de arame fino. Este conjunto foi em seguida colocado entre as chapas numa prensa vertical que foi previamente aquecida e depois mantida 380°C em ar. O espaço entre as placas foi regulado de modo a ser igual a 2,5 centímetros (1") durante o primeiro 0,5 minuto e a 9,5 milímetros (3/8") durante os restantes 1,5 minutos de um ciclo de dois minutos, durante os quais se realizou a estabilização e a auto-ligaçāo. As placas não foram empregadas para exercer pressão sobre o enchumaço mas de preferência para fornecer calor durante a estabilização. O enchumaço foi então aquecido a 850°C em atmosfera de azoto para desvolatilização, seguida por grafitização a 2215°C no seio de árgon. Em média, as fibras do enchumaço têm uma largura de 6,1 micra. As fibras foram cortadas com uma lâmina para expor a superfície da fractura da secção transversal representada como se descreveu na Figura 4.

### Exemplo 2

De acordo com uma outra forma de realização, o pez foi preparado a partir de um óleo decantado Ponca City (Conoco Inc.) também conhecido como óleo de suspensão ou óleo clarificado, um resíduo do craqueamento catalítico

de gasóleo, que foi embebido sob a acção de calor e lavado com azoto, para se obter um pez mesofásico a 99% que tem um ponto de amolecimento de 265°C e um ponto de fusão de 297°C. O pez foi fiado por centrifugação usando o dispositivo do Exemplo 1, a uma temperatura do rotor de 486°C e com uma velocidade de rotação de 18 000 rotações por minuto, para originar uma força centrífuga de 15 000 g. O caudal mássico de pez era igual a 2,27 quilogramas (5 libras) por hora. O lábio do rotor era como se representa na Figura 3. As fibras foram recolhidas numa correia móvel, para formar um enchumço que tem uma densidade superficial igual a 80 gramas por metro quadrado. As fibras individuais tinham uma forma ligeiramente inclinada, uma largura média de 11,2 milímetros e um comprimento médio de 4 centímetros.

Numa operação do processo separada, as fibras do enchumço foram feitas reagir com o ar a uma temperatura de 240°C durante dez minutos e depois a 300°C durante dez minutos, a fim de as estabilizar. Realizou-se a pré-carbonização e a grafitação aquecendo-se desde a temperatura ambiente até 2 600°C, no seio de árgon, e depois conservando-se a esta temperatura durante três minutos.

Essas fibras foram usadas para fabricar um laminado (compósito) com resina de epóxido (Hercules 3501-6, contendo 20% de Araldite RD-2 [Ciba Geigy] como agente de redução da viscosidade), contendo o referido laminado 33% em volume de fibras. Do laminado, cortaram-se amostras com 15,2 centímetros de comprimento e 1,3 centímetros de largura

(6 polegadas de comprimento por 0,5 polegadas de largura) e que tinha 1,37 mm (0,054 polegada) de espessura. Estas amostras foram submetidas a um ensaio de dobragem em três pontos com uma relação comprimento para profundidade igual a 60 e verificou-se terem um módulo de dobragem igual a 222 600 kg/cm<sup>2</sup> (3,18 milhões de psi).

### Exemplo 3

Numa outra forma de realização, o óleo de decantação de alimentação do Exemplo 2 foi submetido à ação do calor com espalhamento por azoto de maneira a obter-se um pez 100% mesofásico, tendo um ponto de amolecimento igual a 293°C e um ponto de fusão igual a 328°C. Empregou-se o dispositivo do Exemplo 1, a temperatura do rotor foi de 525°C, a velocidade de rotação foi igual a 10 000 rotações por minuto (4 600 g) e o caudal mássico de pez foi igual a 0,3 libra por hora.

As fibras foram recolhidas num tecido com aberturas, suportado por um peneiro de arames finos, para se obter um enchumaço com uma densidade superficial de 150 gramas por metro quadrado. As fibras tinham uma largura média igual a 7,4 micra. Muitas fibras tinham comprimentos superiores a cinco centímetros.

Numa operação separada do processo, fez-se reagir o enchumaço de fibras ao ar numa estufa que foi programada para aumentar a temperatura desde a temperatura ambiente até 340°C com uma velocidade de 4°C por minuto.

Ao atingir esta temperatura, o aquecedor foi desligado e deixou-se arrefecer a estufa. A velocidade de arrefecimento foi aproximadamente igual à velocidade de aquecimento. Este tratamento tornou os filamentos infusíveis e preparou-se para a carbonização subsequente. O enchumaço de fibras foi seguidamente colocado num forno de mufla e aquecido a  $850^{\circ}\text{C}$ , sob atmosfera de azoto, para eliminar os componentes voláteis do pez e iniciar o processo de carbonização. O enchumaço de fibras foi subsequentemente carbonizado por aquecimento a  $2\ 166^{\circ}\text{C}$  sob atmosfera de argon. Os filamentos foram cortados do enchumaço e ensaiados relativamente à sua resistência à tracção com um extensómetro com o comprimento de 2,5 centímetros (1"). A resistência à tracção média foi igual a  $15960\ \text{kg}/\text{cm}^2$  (228 kpsi) e o módulo foi em média igual a  $2\ 359\ 000\ \text{kg}/\text{cm}^2$  (33,7 milhões de psi). Estas propriedades tornam a fibra útil para reforço de matrizes de resina, de polímero, de metal ou de cerâmica, para proporcionar "prepregs" úteis, laminados e outras formas de compósitos. O enchumaço foi cortado com uma lâmina, para se obter uma amostra para observação ao microscópio electrónico de varrimento. A maior parte das fibras apresentava a microestrutura lamelar característica; algumas fibras representativas estão representadas, como se referiu, nas Figuras 6a a 6c.

4

R e i v i n d i c a ç õ e s

---

1.- Almofada de fibras de carbono dispostas aleatoriamente, caracterizada pelo facto de as referidas fibras terem predominantemente uma secção recta com uma largura menor do que cerca de 12 micrómetros e uma superfície de fractura que possui uma microestrutura lamelar composta por lamelas arranjadas numa relação isoclínica e dispostas numa direcção geralmente paralela a um eixo da secção da fibra, prolongando-se as lamelas até à periferia das secções rectas das fibras.

2.- Almofada de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo facto de as fibras serem ligadas umas às outras.

3.- Compósito reforçado com a almofada de acordo com as reivindicações 1 ou 2 ou seus fragmentos.



4.- Almofada de acordo com a reivindicação 1, caracterizada pelo facto de serem formadas a partir de pez mesofásico fiado centrifugamente que foi estabilizado por oxidação e carbonizado.

5.- Processo para a preparação da almofada de fibras de carbono dispostas aleatoriamente, caracterizado pelo facto de compreender fiar-se centrifugamente um pez mesofásico fundido, sendo o mencionado pez fiado a uma temperatura compreendida entre 375°C e 525°C por cima do lábio de um rótor e para dentro de uma câmara sob uma força centrífuga compreendida entre 200 e 15 000 g, arrefecer-se a fibra fiada dentro da câmara e dirigir-se a fibra para meios de acumulação de maneira a formar uma almofada de fibra de carbono de pez disposta aleatoriamente, estabilizar-se a fibra da almofada por oxidação e carbonizar-se a fibra da almofada.

6.- Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo facto de o pez ser fiado sob a acção de uma força centrífuga de pelo menos 1000 g.

7.- Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo facto de as fibras da almofada se auto-ligarem durante a estabilização por oxidação,

Lisboa, 1 de Setembro de 1988  
O Agente Oficial da Propriedade Industrial



BAD ORIGINAL

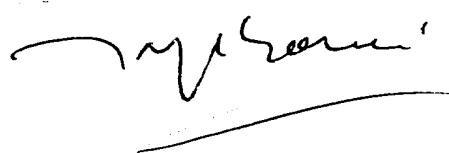
4.

R E S U M O

"Fibras de carbono de pez e almofadas"

Pez mesofásico fiado centrifugamente como se descreve sobre um lábio origina, após estabilização e carbonização com ou sem grafitização fibras de carbono com uma microestrutura lamelar.

Lisboa, 1 de Setembro de 1988  
Centro de Desenvolvimento da Indústria de Portugal

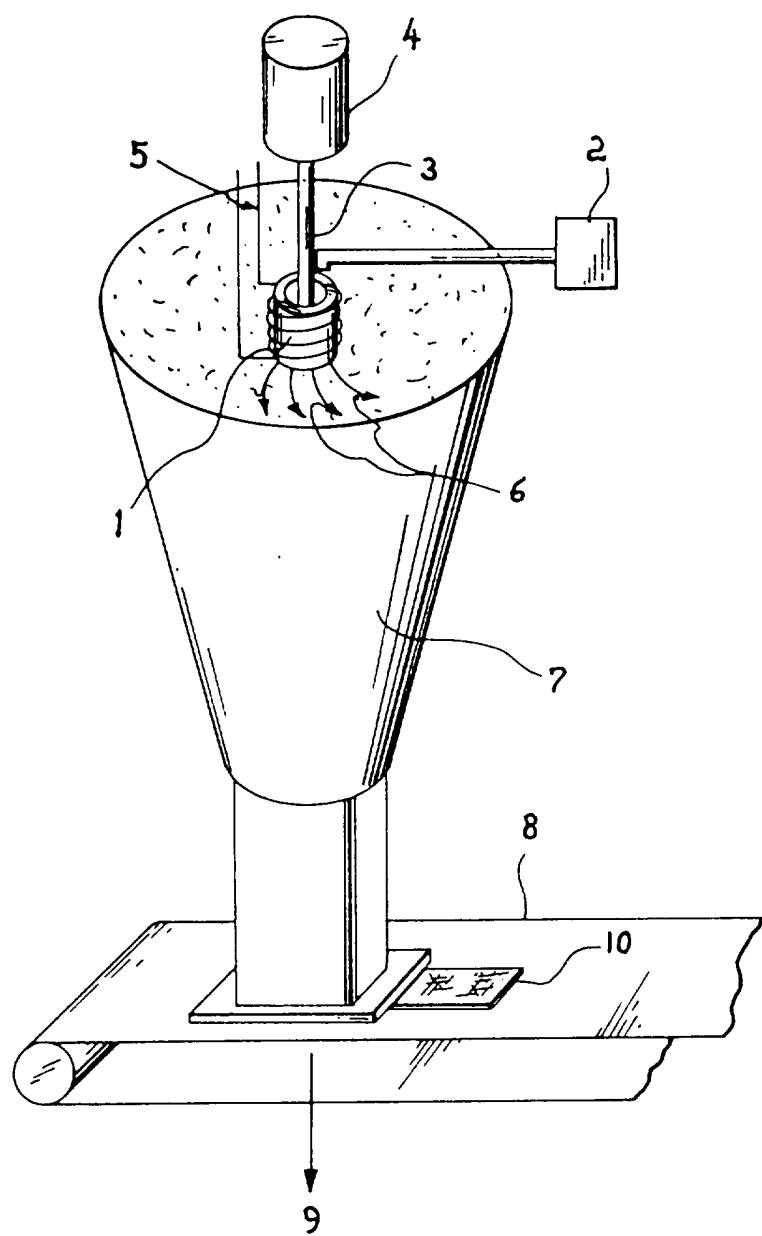


BAD ORIGINAL

88397

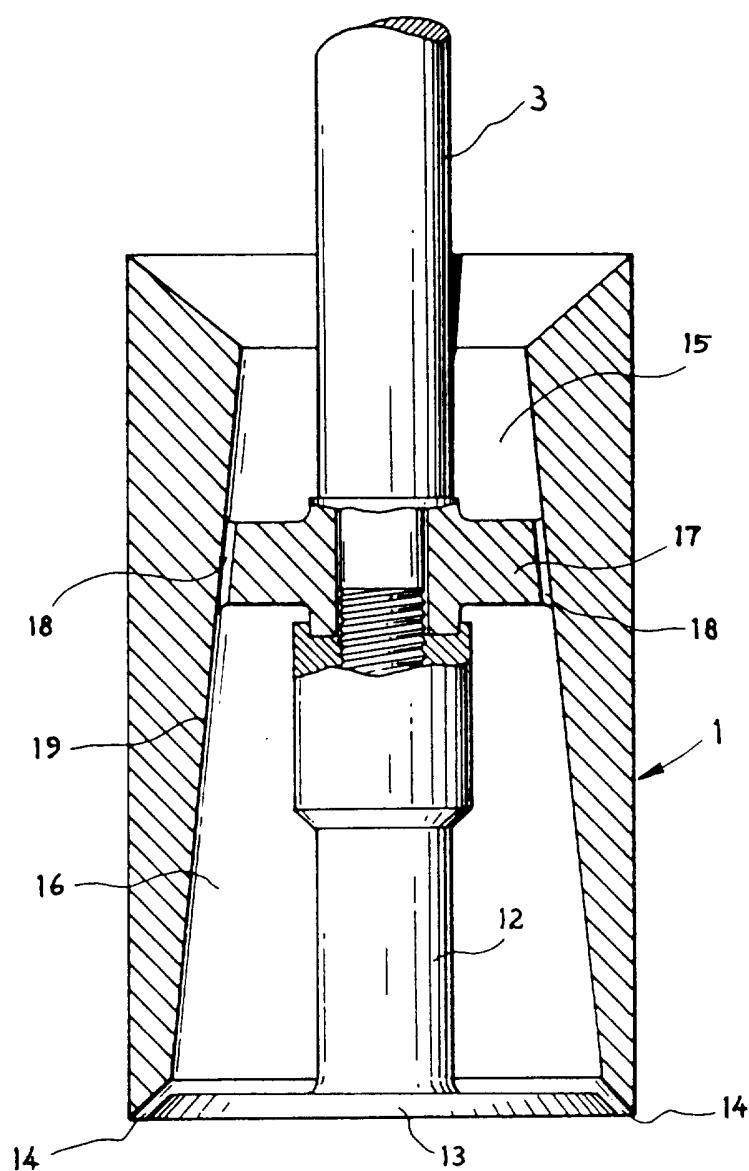
4

FIG. 1

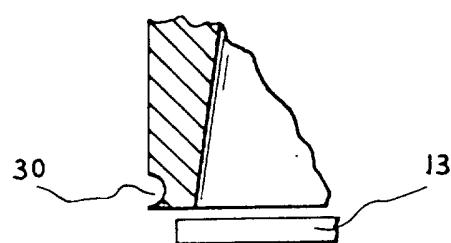


4

F I G. 2



F I G. 3

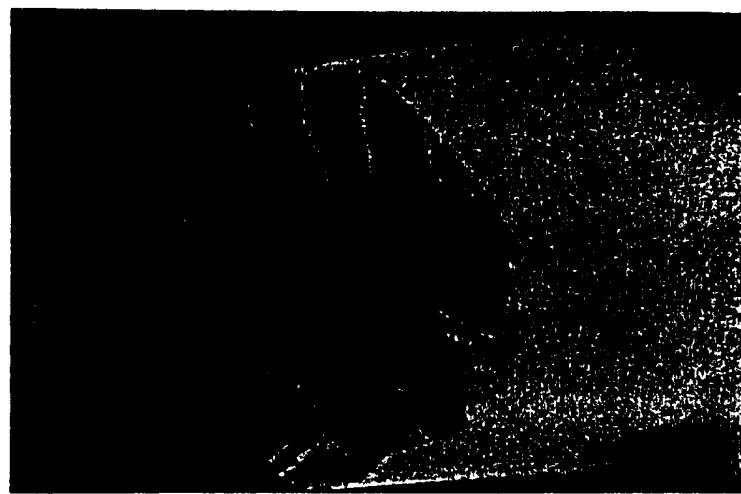


4.

F I G. 4



F I G. 6A



4.

F I G. 5



88397

4.

F I G. 6B



F I G. 6C

