



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent dodatkowy
do patentu nr ———

Int. Cl.⁴ D01F 9/16

Zgłoszono: 83 07 21 (P. 243149)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 85 01 30

Opis patentowy opublikowano: 1987 07 31



Twórcy wynalazku: Roman Pampuch, Stanisław Błażewicz, Edward Walasek,
Jerzy Białoskórski

Uprawniony z patentu: Akademia Górniczo-Hutnicza
im. Stanisława Staszica,
Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania reaktywnych włókien węglowych z włókien celulozowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania reaktywnych włókien węglowych z włókien celulozowych.

Znane dotychczas sposoby wytwarzania włókien węglowych z włókien wiskozowych polegają na ich obróbce przy zapewnianiu odpowiedniej atmosfery, rozciagu i temperatury.

Sposób wytwarzania włókien węglowych z włókien celulozowych polega na tym, że włókna te ogrzewa się w uszczelnionej komorze w atmosferze azotu lub w parach nieutleniających kwasów, jak na przykład chlorowodór. Dla ułatwienia przekazywania ciepła stosuje się także pary chlorku cynku lub chloru aluminium lub kąpiele ze stopionych soli.

Proces zwęglania prowadzi się z różnymi szybkościami ogrzewania. I tak w zakresie 370-670 K szybkość ogrzewania wynosi 10-50 K/h, a w zakresie 670-1170 K-100 K/h.

Następnym etapem obróbki jest proces grafityzacji, wymagający ogrzewania włókien do temperatury 3300 K. Otrzymane tym sposobem włókna węglowe charakteryzują się dobrym modułem Younga i dobrą wytrzymałością ale posiadają niewielkie rozwinięcie powierzchni, co powoduje małą reaktywność np. po reakcji ze stopniowym krzemem pozostałość węgla wynosi 10% objętościowych.

Znany również z polskiego opisu patentowego nr 85 676 sposób wytwarzania węglowych materiałów włóknistych polega na tym, że włókna celulozowe ogrzewa się z prędkością 303 K/h do temperatury 383 K w atmosferze powietrza i przetrzymuje się w tych warunkach przez 10 godzin, a następnie ogrzewa się włókna z prędkością 293 K/h do temperatury 523 K w atmosferze czystego argonu, przy czym włókna będące nadal w atmosferze argonu ogrzewa się z prędkością 283 K/h do temperatury 673 K i przetrzymuje się w tej temperaturze przez 5 godzin, po czym wprowadza się parę wodną i w atmosferze pary wodnej i argonu włókna ogrzewa się z prędkością 323 K/h do temperatury 1273 K, a po osiągnięciu tej temperatury usuwa się parę wodną i włókna przetrzymuje się w temperaturze 1273 K w atmosferze samego argonu przez 10 godzin, po czym włókna chłodzi się do temperatury pokojowej.

W wyniku takiej obróbki otrzymuje się włókna o dużej wytrzymałości ale mało reaktywne chemicznie.

Celem wynalazku jest otrzymanie włókien reaktywnych chemicznie.

Istota wynalazku polega na tym, że naprężone włókna celulozowe ogrzewa się w atmosferze gazu obojętnego z szybkością 100-200 K/h w zakresie temperatur 290-600 K/h, a w zakresie temperatur 600-1250 K z szybkością 120-250 K/h, przy czym w zakresie temperatur 600-1100 K do gazu obojętnego wprowadza się parę wodną w ilości do 50% objętościowych. Następnie włókna schładza się poniżej 570 K.

Zaletą włókien węglowych, otrzymanych sposobem według wynalazku jest ich wysoka powierzchnia właściwa i podwyższona reaktywność co objawia się mniejszą, do 1% objętościowych, pozostałością węgla po reakcji włókien ze stopniowym krzemem. Dodatkową zaletą jest znaczne skrócenie czasu obróbki włókien.

Przykład I. Wiązką włókien wiskozowych o średnicy 24 μm , podtrzymaną mechanicznie w stanie naprężania, wprowadza się do szczelnej komory stalowej zamieszczonej w piecu o regulowanej temperaturze. Do komory wprowadza się azot, utrzymując w zakresie temperatur 290-590 K, przepływ azotu 400 litrów w jednej godzinie na kilogram wyjściowych włókien wiskozowych, oraz szybkość ogrzewania 150 K/h. W zakresie temperatur 590-1240 K obniża się przepływ azotu do 280 L/h kg i podwyższa się szybkość ogrzewania do 160 K/h.

W zakresie temperatur 870-1070 K obniża się przepływ azotu do 120 l/h kg i wprowadza się parę wodną w ilości 5% objętościowych gazu. Po osiągnięciu temperatury 1240 K wyłącza się ogrzewanie i chłodzi komorę nie wyciągając jej z pieca. Podczas chłodzenia utrzymuje się przepływ azotu 120 l/h kg. Otrzymuje się w ten sposób wiązkę włókien węglowych o średnicy w zakresie 9,7-10,7 μm , gęstość włókien wynosi $1100 \pm 300 \text{ kg m}^{-3}$, a powierzchnia właściwa około $290 \text{ m}^2/\text{g}$. Jeżeli tak otrzymane włókna reagują ze stopionym krzemem to po 8 minutach ilość nieprzereagowanego węgla wynosi około 1% objętościowych.

Przykład II. Jako surowiec użyto roving wiskozy o średnicy włókna 9 μm , po czym postępowano jak w przykładzie I. W wyniku obróbki cieplnej otrzymano roving włókien węglowych o średnicy 3,9-4,5 μm , gęstości $1300 \pm 300 \text{ kg m}^{-3}$ i powierzchni właściwej $1190 \text{ m}^2/\text{g}$. Po reakcji ze stopionym krzemem po 8 minutach ilość nieprzereagowana węgla wynosi około 3% objętościowych.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania reaktywnych włókien węglowych z włókien celulozowych, polegający na zwęglaniu ich w atmosferze gazów obojętnych i pary wodnej, **znamienny tym**, że włókna ogrzewa się w zakresie temperatur 290-600 K z szybkością 100-200 K/h, a w zakresie temperatur 600-1250 K z szybkością 120-250 K/h, przy czym w zakresie temperatur 600-1100 K wprowadza się parę wodną w ilości 50% objętości gazu.