



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

237715

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 24 02 83
(21) PV 1271-83

(51) Int. Cl.⁴

C 09 D 13/00

(40) Zveřejněno 13 01 84

(45) Vydáno 15 04 87

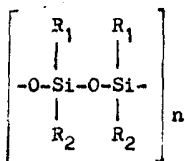
(75)

Autor vynálezu

MOSTECKÝ JIŘÍ akademik, MITERA JIŘÍ ing., PRAHA, POLANSKÝ JOSEF,
ČESKÉ BUDĚJOVICE

(54) Tuhý malých průměrů a způsob jejich výroby

Řešení se týká tuh malých průměrů a způsobu jejich výroby. Jde zejména o tuhy průměru 0,3 až 0,9 mm, obsahující 30 až 70 % hmot. grafitu, 0,1 až 8 % hmot. sazí, 10 až 50 % hmot. karbonizovaného polymerního pojiva. Alespoň část polymerního pojiva je tvořena karbonizovanou organickou sloučeninou, obsahující křemíkové atomy v molekule vázané formou



kde R_1 a R_2 jsou metyl a fenyl. Polymerní pojivo může obsahovat 80 až 90 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu obsahujícího metyl a fenyl v poměru 1:1 a 10 až 20 hmot. dílů polyvinylalkoholu. Polymerní pojivo může s výhodou obsahovat 60 až 80 hmot. dílů fenylformaldehydového resolu, z 5 až 20 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu a 5 až 20 hmot. dílů polyvinylalkoholu. Způsob výroby tuh spočívá v tom, že se ze směsi, obsahující na 100 hmot. dílů 30 až 70 hmot. dílů grafitu, 0,1 až 8 hmot. dílů sazí, 10 až 50 hmot. dílů polymerního pojiva a zbytek hmot. dílů rozpouštědla, vytvoří tuhový profil a po vysušení do konstantní hmotnosti při teplotách do

200 °C se karbonizuje v interním prostře-

237715

dí nejprve zahříváním rychlostí 5 až 50 °C za hodinu na 450 až 700 °C a dále se vy-paluje rychlostí zahřívání 10 až 100 °C za hodinu až na teplotu 800 až 1 000 °C.

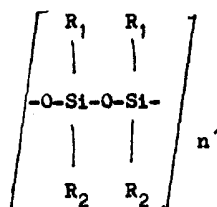
Vynález řeší vytvoření tuh malých průměrů, zejména tuh o průměru 0,3 až 0,9 mm, které mají dostatečnou pevnost v ohybu, dobrou přilnavost a vysokou intenzitu napsané stopy a způsob jejich výroby.

Při současném způsobu výroby tuh malých průřezů se vytvoří směs grafitu, sazí a jílu. Tato směs se vodou ředí na požadovanou hustotu, potřebnou pro vytlačování do finálních profilů. Po vysušení jsou grafitová tělíska vypalována při teplotě 800 až 1 200 °C. Působením vysoké teploty a vlivem spékání materiálů vznikne porézní tuhé jádro, které je nutno nasýtit voskovými či jinými látkami. Teprve po této finální úpravě je možno s takto vyrobenou tuhou napsat dostatečně intenzivní čáru. Tímto způsobem vyrobená tuha však nemá dostatečnou torzní pevnost a pevnost v ohybu a není vhodná pro výrobu tuh malých průměrů.

V poslední době se začalo místo jílu jako pojivo užívat organických pryskyřic či jiných polymerních látek. Po vypálení vznikají též pórovité tuhy, které je nutno nasýtit olejem či voskem, abychom mohli dosáhnout při psaní dostatečně intenzivní čáry. Nevýhodou používaných způsobů výroby tuh je nedostatečná pevnost v ohybu tuh spojených jílem a při všech známých způsobech výroby tuhových jader nutnost nasycení porézní hmoty tuhy voskovými, olejovými či jinými látkami.

Vysoce důležitou částí výroby tuhových jader, jež mají jako pojivo polymerní látky, je zvládnutí pochodu probíhajícího při vypalování tuh. U existujících způsobů je známo, že při vypalování do teplot 500 °C v případě rychlého zvyšování teploty vznikají defekty v tuze, trhlinky na povrchu, spékání tuh, nedostatečný lesk, a proto je nutno zvyšovat teplotu pomalu, čímž zase vzniká problém efektivnosti výroby.

Nedostatky dosud známých tuh malých průměrů, zejména o průměru 0,3 až 0,9 mm, vytvářených z homogenizované směsi, obsahující 30 až 70 % hmot. grafitu a popřípadě 0,1 až 8 % hmot. sazí, 10 až 50 % hmot. karbonizovaného polymerního pojiva, odstraňuje vynález. Jeho podstata spočívá v tom, že alespoň část polymerního pojiva je tvořena karbonizovanou organickou sloučeninou, obsahující křemíkové atomy v molekule vázané formou



kde R_1 a R_2 jsou metyl a fenyl.

Polymerní pojivo může obsahovat 80 až 90 hm. dílů polymetylfenylsiloxanu obsahujícího metyl a fenyl v poměru 1:1 a 10 až 20 hm. dílů polyvinylalkoholu. Polymerní pojivo dále může s výhodou obsahovat 60 až 80 hm. dílů fenylformaldehydového resolu, 5 až 20 hm. dílů polymetylfenylsiloxanu a 5 až 20 hm. dílů polyvinylalkoholu. Vynález řeší i způsob výroby těchto tuh. Jeho podstata spočívá v tom, že se ze směsi, obsahující na 100 hm. dílů 30 až 70 hm. dílů grafitu, 0,1 až 8 hm. dílů sazí, 10 až 50 hm. dílů polymerního pojiva a zbytek hm. dílů rozpouštědla, vytvoří tuhý profil, který se nejprve suší při teplotách do 200 °C do konstantní hmotnosti, načež se karbonizuje v interním prostředí nejprve zahříváním rychlostí 5 až 50 °C za hodinu do 450 až 700 °C a dále se vypaluje rychlostí zahřívání 10 až 100 °C za hodinu až do teploty 800 až 1 100 °C.

Tuhy vytvořené podle vynálezu představují finální výrobek, který již není nutno po karbonizaci preparovat tukovými, olejovými, voskovými či jinými látkami a přitom se získá intenzivně napsaná stopa.

Způsob výroby tuh podle vynálezu zaručuje jejich největší pevnost, jestliže rychlost a teplota vypalování je řízena do teplot, při kterých se získá nejvyšší karbonizační zbytek a nedochází již k uvolňování karbonizačních plynů. Kritické intervaly teplot jsou pro každý polymer jiné.

V zásadě se karbonizace řídí tak, aby únik karbonizačních plynů byl co nejpomalejší. Tím se dosáhne rovnoměrného vytváření prostorové mřížky, složené z atomů uhlíku, křemíku a kyslíku, bez výraznějších defektů v makrostruktuře tuhy. Vynález a jeho účinky jsou blíže osvětleny pomocí dále uvedených příkladů jeho provedení.

P ř í k l a d 1

Tuha byla vyráběna ze směsi obsahující 60 hmot. dílů grafitu, 5 hmot. dílů sazí, 30 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu, tvořeného 50 % metylem a 50 % fenylem a 5 hmot. díly polyvinylalkoholu, tvořeného toluenem a etylalkoholem.

Směs byla smíchána pomocí známých homogenizačních zařízení, odpařením ředidel byla upravena na požadovanou hustotu a pomocí hydraulického zařízení byly vytlačovány kulaté profily o $\varnothing$ 0,6 mm. Po vytlačení byly kráceny na požadovanou délku a v bubínkových sušárnách se odpařil zbytek ředidla, za současného rovnání tuh.

Dokonale vysušené tuhy byly dále tepelně zpracovávány, karbonizovány přesně stanoveným režimem, podle křivek úbytku hmotností použitých polymerů při karbonizaci. Nakonec byly tuhy vypalovány až na teplotu 900 °C.

Po vychladnutí byly získány tuhy, jež je možno bez dalšího zpracování používat pro psaní v mechanických tužkách.

P ř í k l a d 2

Tuha byla vyráběna ze směsi obsahující 50 hmot. dílů grafitu, 5 hmot. dílů sazí, 35 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu, tvořeného 30 % metylem a 50 % fenylem, 5 hmot. díly polyvinylalkoholem a xylenem, etylalkoholem a n-butylalkoholem jako rozpouštědly.

Směs byla zpracována jako v příkladě 1 a tuhy byly ihned po vytvoření v listu kontinuálně sušeny ve svislé poloze v několika teplotních zónách. Zkracování tuh na požadované délky bylo prováděno po průchodu sušícím zařízením. Karbonizace a vypalování proběhlo jako v příkladě 1.

P ř í k l a d 3

Tuha byla vyráběna ze směsi obsahující 65 hmot. dílů grafitu, 5 hmot. dílů sazí, 25 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu, tvořeného 50 % metylem a 50 % fenylem, 5 hmot. díly polyvinylalkoholem a toluenem a etanolem jako ředidly.

Směs byla zpracována jako v příkladě 1 a zkrácené a vysušené tuhy byly karbonizovány lineárním zvyšováním teploty až do 500 °C a potom vypalovány až na teplotu 800 °C.

Příklad 4

Tuha byla vyráběna ze směsi obsahující 55 hmot. dílů grafitu, 35 hmot. dílů poly-fenylformaldehydového resolu, 5 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu, tvořeného 50 % metylem a 50 % fenylem, 5 hmot. dílů polyvinylalkoholem a toluenem, etanolem, etylalkoholem a vodou jako ředidly.

Směs byla zpracována jako v příkladě 1. Vysušené tuhy byly karbonizovány lineárním zvyšováním teploty za omezeného přístupu vzduchu až do teploty 550 °C po dobu 30 hodin. Potom byly vypalovány v prostředí inertního plynu až na teplotu 900 °C.

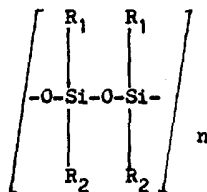
Příklad 5

Tuha byla vyráběna ze směsi obsahující 65 hmot. dílů grafitu, 30 hmot. dílů poly-fenylformaldehydového resolu, 3 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu, tvořeného 50 % metylem a 50 % fenylem, 2 hmot. díly alkyltoluensulfonátem sodným a xylenem, etanolem a vodou.

Směs byla zpracována jako v příkladě 1. Vysušené tuhy byly karbonizovány lineárním zvyšováním teploty za omezeného přístupu vzduchu rychlostí 10 °C za hodinu až do 550 °C a potom vypalovány rychlostí 50 °C za hodinu až do teploty 900 °C v atmosféře inertního plynu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Tuhy malých průměrů, zejména průměru 0,3 až 0,9 mm, obsahující 30 až 70 % hmot. grafitu, 0,1 až 8 % hmot. sazí, 10 až 50 % hmot. karbonizovaného polymerního pojiva, vyznačující se tím, že alespoň část polymerního pojiva je tvořena karbonizovanou organickou sloučeninou obsahující křemíkové atomy v molekule vázané formou



kde R_1 a R_2 jsou metyl a fenyl.

2. Tuhy podle bodu 1, vyznačující se tím, že polymerní pojivo obsahuje 80 až 90 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu obsahujícího metyl a fenyl v poměru 1:1 a 10 až 20 hmot. dílů polyvinylalkoholu.

3. Tuhy podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že polymerní pojivo obsahuje 60 až 80 hmot. dílů fenylformaldehydového resolu, 5 až 20 hmot. dílů polymetylfenylsiloxanu a 5 až 20 hmot. dílů polyvinylalkoholu.

4. Způsob výroby tuh podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že se ze směsi, obsahující na 100 hmot. dílů 30 až 70 hmot. dílů grafitu, 0,1 až 8 hmot. dílů sazí, 10 až 50 hmot. dílů polymerního pojiva a zbytek do 100 hmot. dílů rozpouštědla, vytvoří tuhový profil a po vysušení do konstantní hmotnosti při teplotách do 200 °C se karbonizuje v inertním prostředí nejprve zahříváním rychlostí 5 až 50 °C za hodinu na 450 až 700 °C a dále se vypaluje rychlostí zahřívání 10 až 100 °C za hodinu až na teplotu 800 až 1 100 °C.