PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:
2003 - 614

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.[7]:
B 29 C 70/48

(19) ČESKÁ REPUBLIKA

(22) Přihlášeno: **30.08.2001**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **01.09.2000**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **2000/653880**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **12.11.2003**
(Věstník č. 11/2003)

(86) PCT číslo: **PCT/US01/27042**

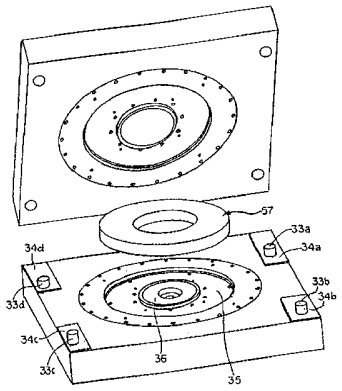
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO02/018120**

ÚŘAD PRŮMYSLOVÉHO VLASTNICTVÍ

(71) Přihlašovatel:
HONEYWELL INTERNATIONAL INC., Morristown, NJ, US;

(72) Původce:
Wood Michael D., South Bend, IN, US;
Murdie Neil, South Bend, IN, US;
Heckelsberg Richard A., Niles, MI, US;
Pigford James F., Kingwood, TX, US;
Laforest Mark L., Granger, IN, US;
Dillon Frank, Granger, IN, US;
Parker Charles A., Granger, IN, US;
Holloway Roger W., North Liberty, IN, US;

(74) Zástupce:
Korejzová Zdeňka JUDr., Spálená 29, Praha 1, 11000;



(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob lisování porézních předvýrobků s vysoceviskózní pryskyřicí nebo asfaltem a lis k provádění tohoto způsobu

(57) Anotace:

Řešení se týká způsobu, při němž se porézní předvýrobek uloží do formy (10), do níž se pak vstřikuje roztavená pryskyřice s vysokou teplotou tavení při použití tlakového gradientu, pryskyřice se nechá zchladnout a napuštěný výrobek se vyjme z formy (10), přičemž tlakový gradient je vytvořen dutinou (29) formy (10) se zkosenými stěnami (30, 31) nebo výstupky (20, 21) v dutině (29). Lis k provádění tohoto způsobu má ve své dolní polovině vodicí čepy (33a, 33b, 33c, 33d) pro usnadnění vyrovnání obou polovin formy (10). Centrální dutina (35) formy (10) má vstup (36) pro vstřikování pryskyřice. Mezi vodicími čepy (33a, 33b, 33c, 33d) a komorou (35) formy (10) je umístěno vyvložkování (34a, 34b, 34c, 34d) pro rovnoměrné odvětrání centrální dutiny (35) formy (10). Odvětrávací kroužek (37) je opatřen odvětrávacími otvory.

CZ 2003 - 614 A3

29.07.03 2003-614

Způsob

Lisování porézních předvýrobků s vysoceviskózní pryskyřicí nebo asfaltem a lis k provádění tohoto způsobu

Oblast techniky

Předkládaný vynález se týká zlepšeného způsobu zhušťování vysokoteplotních materiálů, včetně uhlíkových ("C-C") kompozitů a porézních předlisků s vysoce viskózní pryskyřicí nebo smolou s využitím technik přetlačování pryskyřice.

Dosavadní stav techniky

Předkládaný vynález popisuje zlepšený způsob pro rychlé zhušťování vysokoteplotních materiálů, včetně C-C kompozitů, uhlíkovými a keramickými vlákny vyztužených předlisků a rovněž uhlíkových a keramických pěn.

Obvykle jsou tyto vysokoteplotní materiály zhušťovány s použitím CVD/CVI (usazování chemickým odpařováním/ infiltrace chemickým odpařováním) uhlíku a/nebo keramiky, nebo kapalinovým napouštěním s pryskyřicí a/nebo smolou a rovněž jejich kombinacemi. CVD/CVI je ekonomicky velice náročný a jeho nevýhodou jsou dlouhodobé cykly s množstvím kroků zahušťování, jejichž dokončení obvykle zabere několik týdnů.

Napouštění porézních těles pryskyřicemi a smolami obvykle zahrnuje vakuovou/tlakovou infiltraci (VPI). Ve VPI procesu je dávka pryskyřice nebo smoly roztavena v jedné nádobě, zatímco porézní předlisky jsou uloženy v druhé nádobě za podtlaku (vakua). Roztavená pryskyřice nebo smola je převáděna z nádoby jedna do porézních předlisků, obsažených v druhé nádobě, s kombinací využití vakua a tlaku. VPI proces

je omezen na použití pryskyřic a smol, které mají nízkou viskozitu a jsou sdruženy s nízkou výtěžností uhlíku. Tudíž, zhušťování porézních předlisků s kapalnými pryskyřičnými a smolovými prekursory s využitím VPI procesu obvykle vyžaduje několik cyklů napouštění, následovaných nauhličováním, (často až 7 takových cyklů) a vyžaduje dlouhodobé cykly až několik týdnů pro dosažení požadované finální hustoty.

Pro vyloučení dlouhodobých cyklů, spojených s využitím pryskyřic a dehtů s nízkou výtěžností uhlíku v typických VPI procesech, je využíván proces vysokotlakého napouštění/ nauhličování (PIC) pro zvýšení výtěžnosti uhlíků u smol a pryskyřic. Obvyklé cykly vysokotlakého nauhličování probíhají při tlaku překračujícím 5000 psi a často 15000 psi. Výsledná vysoká výtěžnost uhlíku, dosažená s procesem vysokotlakého nauhličování, umožňuje snížení počtu cyklů zahušťování z 6 až 7 cyklů na 3 až 4 cykly při dosažení ekvivalentních hustot. Vysokotlaké nádoby jsou ale ekonomicky náročné a mají omezenou velikost, což omezuje také počet předlisků zahuštěných v jedné nádobě. Použité vysoké tlaky rovněž zvyšují riziko výbuchu a tudíž jsou vyžadována speciální bezpečnostní opatření pro splnění bezpečnostních standardů.

Alternativní přístup pro zlepšení účinnosti procesů uhlíkového zahušťování zahrnuje použití kapalných pryskyřic s vysokou výtěžností uhlíku (>80%). Obvyklé pryskyřice s vysokou výtěžností uhlíku zahrnují syntetické mezofázové smoly (například AR mezofázová smola od firmy Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc., což je katalyticky polymerovaný naftalen) a rovněž tepelně nebo chemicky upravovaný uhelný dehet a smoly odvozené z ropy a další termoplastické

pryskyřice. S využitím těchto pryskyřic s vysokou výtěžností uhlíku v současných procesech VPI je ale sdruženo mnoho problémů týkajících se jejich vyšší viskozity a přidružených vyšších teplot během procesu.

Předkládaný vynález navrhuje řešení pro výše uvedené problémy a navrhuje způsob zajištění kompozitních materiálu s vyšší hustotou se zkrácenou dobou cyklu. Předkládaný vynález využívá technologií přetlačování pryskyřice (RTM) v kombinaci s pryskyřicemi s vysokou výtěžností uhlíku pro zahušťování porézních předlisků během okamžiků.

RTM procesy nejsou nové. V nedávných letech přetlačování pryskyřice či RTM a z něj odvozované procesy (které se rovněž označují jako injekční vstřikování pryskyřic) získaly popularitu v leteckém, automobilovém a vojenském průmyslu jako prostředky pro zahušťování porézních předlisků. Ve skutečnosti byl RTM původně zaveden uprostřed čtyřicátých let dvacátého století, ale střetával se s malým komerčním úspěchem až do šedesátých a sedmdesátých let dvacátého století, když začal být používán pro výrobu předmětů, jako jsou vany, počítačové klávesnice a násypky pro umělá hnojiva.

RTM se obvykle používá pro výrobu kompozitů na bázi polymerů. Vláknitý předlisek nebo rohož se vloží do formy odpovídající geometrii požadované součásti. Obvykle se potom termosetová pryskyřice s relativně nízkou viskozitou vstřikuje při nízké teplotě (100 - 300 °F, 38 - 149 °C) za využití tlaku nebo přivádí pod vakuem do porézního tělesa obsaženého uvnitř formy. Pryskyřice se vytvrdí uvnitř formy před jejím vyjmutím z formy.

Ukázalo se, že RTM je unikátním způsobem schopen splnit požadavky na levnou výrobu při vysokých objemech (přibližně 500 až 50000) součástí za rok v automobilovém průmyslu a rovněž požadavky na vyšší kvalitu a nižší objem (přibližně 50 až 5000) součástí za rok v průmyslu leteckém. Varianty procesu RTM potom umožňují výhodnou výrobu velkých, složitých struktur s velkým průřezem pro aplikace v infrastruktuře a pro vojenské aplikace. Příkladem je podvozek vojenského obrněného vozidla Army Composite Armored Vehicle (CAV). Automobilový průmysl využívá RTM proces již dekády.

US patent č. 5,770,127 popisuje způsob výroby kompozitu zpevněného uhlíkem nebo grafitem. Tuhý předlisek z uhlíkové pěny je umístěn do utěsněného pružného vaku. Uvnitř vaku se vytvoří podtlak (vakuum). Potom se do vaku přivádí matricová pryskyřice skrz vstupní ventil, aby se napustil předlisek. Předlisek se potom ohřevem vytvrdí. Výsledná uhlíková nebo grafitová struktura se potom z vaku vyjme.

US patent č. 5,306,448 popisuje způsob přetlačování pryskyřice, který využívá zásobní nádržku. Nádržka zahrnuje tlaku se přizpůsobující pórovité těleso (houbu), obsahující pryskyřici v hmotnosti od dvou do deseti násobku hmotnosti houby. Nádržka na pryskyřici usnadňuje proces přetlačování pryskyřice vytvořením nádržky na pryskyřici, která může zajistit požadované napuštění porézního předlisku, jako je porézní, vlákny vyztužený kompozit.

US patent č. 5,654,059 popisuje výrobu silných, trojrozměrných rohožových struktur zahrnujících přetržité vlákno z termosetové smoly, s jehlovými otvory v alespoň 80 % struktury.

US patent č. 4,986,943 popisuje způsob stabilizace oxidace matric na bázi smoly pro uhlíkové kompozity. V tomto postupu mřížovina z uhlíkových vláken je infiltrována matricovým prekursorem na bázi smoly, oxidována v atmosféře obsahující kyslík při teplotě pod teplotou tání smoly a nauhličována pro přeměnu matricového materiálu na koks.

V typickém vytlačovacím zpracování pryskyřic a plastů je viskózní tavenina tlačena pod tlakem skrz tvarovací lis v kontinuálním toku. Přiváděný materiál může vstupovat do vytlačovacího zařízení v roztaveném stavu, ale běžněji sestává z tuhých částic, které musejí být podrobeny ve vytlačovacím zařízení tavení, míchání a tlakování. Tuhý přiváděný materiál může být v podobě pelet, prášku, zrn, vloček nebo přemletého materiálu. Komponenty mohou být předem míchány nebo přiváděny samostatně skrz jeden nebo více přiváděcích vstupů.

Většina vytlačovacích zařízení zahrnuje jeden šnek otáčející se v horizontálním, válcovém bubnu s přívodním vstupem namontovaným nad jedním koncem (přiváděcí konec) a s tvarovacím lisem namontovaným na vypouštěcím koncem (dávkovací konec). Řady topných těles mohou být umístěny po délce bubnu pro rozdělení vytlačovacího zařízení do diskrétních ohřívacích oblastí. V typických vytlačovacích aplikacích je tvarovací lis použit pro vytvoření vlákna, tyče nebo jiného tvaru. V RTM procesech může být tvarovací lis zaměněn za formu obsahující porézní těleso nebo předlisek.

Dvoušneková vytlačovací zařízení jsou používána méně než vytlačovací zařízení s jedním šnekem, ale jsou široce využívána pro obtížně mísitelné aplikace, zbavení těkavých látek, a pro vytlačování materiálů majících vysokou viskozitu

a omezenou tepelnou stabilitu. Konstrukce se dvěma šneky mohou být buď se šneky otáčejícími se proti sobě nebo se šneky otáčejícími se souhlasně, a šneky mohou vzájemně spolu zabírat úplně, částečně nebo vůbec. Technologie vytlačování, jak je v oboru známá, je diskutována v *Concise Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, Jaqueline I. Kroschwitz, vydavatel John Wiley & Sons, 1990, strany 363 - 367; a v *Principles and Plasticating Extrusion*, Z. Tadmore a I. Klein, Van Nostrand Reinhold, New York, 1970.

Ačkoliv použití pryskyřic s vysokou výtěžností uhlíku poskytuje potenciál pro zlepšenou výtěžnost uhlíku a snížený počet cyklů zahušťování, požadovaný pro dosažení finální hustoty, jejich použití v procesech VPI a RTM bylo neúspěšné. Využití pryskyřic s vysokou výtěžností uhlíku ve VPI procesech bylo omezeno, protože pryskyřice s vysokou výtěžností uhlíku mají vysokou viskozitu a jsou požadovány vyšší teploty pro snížení viskozity pryskyřice a smoly pro napouštění. Vyšší teploty při zpracování a vyšší viskozita pryskyřic s vysokou výtěžností uhlíku vedou na následující problémy s existujícími VPI a RTM procesy.

1) Pryskyřice se začíná vytvrzovat v úložných nádobách před napouštěním.

2) Pro napouštění vysoce viskózní pryskyřice jsou požadovány vyšší tlaky.

3) Nejednotná nebo neúplná infiltrace pryskyřice do porézního tělesa nebo předlisku, která vede na suchá místa (poréznost) způsobená zapouzdřením vzduchových kapes v předlisku.

19.05.03

Úspěšné využití pryskyřic s vysokou výtěžností uhlíku v RTM procesech by zajistilo podstatná zkrácení dob trvání zahušťovacího cyklu kompozitních materiálů ve srovnání s existujícími CVD/CVI a VPI procesy prostřednictvím snížení počtu cyklů napouštění pro dosažení požadované finální hustoty. Navíc by použití pryskyřic s vysokou výtěžností uhlíku v RTM procesech rovněž zajistilo zmenšení pryskyřičného odpadu (lze dosáhnout 90% využití pryskyřice).

Úspěšné použití pryskyřic s vysokou výtěžností uhlíku v RTM procesech vyžaduje několik inovací, včetně:

1) Vytvoření prostředků pro zajištění účinného, jednotného toku vysoce viskózní pryskyřice do předlisku a skrz předlisek.

2) Vytvoření prostředků pro zabránění vytváření suchých kapes způsobovaných kombinací neúplného napouštění pryskyřice a zachycování vzduchu a těkavých látek v předlisku, a tím pro maximalizaci účinnosti zahušťování.

Dosavadní stav techniky tudíž demonstruje potřebu pro navržení způsobu a zařízení pro napouštění porézního předlisku vysoce viskózní roztavenou pryskyřicí (například AR mezofázovou smolou) při vysokých teplotách. Výsledný napuštěný předlisek je výhodně bez "suchých kapes" a má schopnost procházet dalším zpracováním, jako je oxidační stabilizace, nauhličování a grafitizace.

Podstata vynálezu

Předkládaný vynález v jednom aspektu navrhuje rychlou, jednotlivou infiltraci porézního vláknitého předlisku nebo tuhého porézního tělesa s použitím vysoce

viskózní pryskyřice s vysokou výtěžností uhlíku (například s použitím mezofázové smoly).

Předkládaný vynález v jednom aspektu navrhuje zařízení a způsob pro využití vysoce viskózní mezofázové smoly pro zahuštění tuhého tělesa.

Předkládaný vynález v jednom aspektu také navrhuje vytlačovací zařízení nebo podobné zařízení pro jednotné tavení a míchání média pro vstřikování (vysoce viskózní pryskyřice. Vytlačovací zařízení může být buď jedno-šnekové nebo dvou-šnekové vytlačovací zařízení. Vytlačovací zařízení s jedním šnekem je upřednostňováno vzhledem k jeho nižší cenně.

Předkládaný vynález v jednom aspektu rovněž navrhuje vytlačovací zařízení, které může být osazeno zásobníkem pro uchovávání řízeného objemu roztavené pryskyřice před vstřikováním řízeného objemu pryskyřice pod tlakem do formy. Výhodou předkládaného vynálezu je to, že poskytuje způsob přetlačování pryskyřice, který eliminuje pryskyřičný odpad.

Předkládaný vynález rovněž v jednom aspektu navrhuje hydraulický lis pro uzavření formu obsahující porézní předlisek nebo tuhé porézní těleso.

Předkládaný vynález rovněž v jednom aspektu navrhuje formu, která účinně distribuuje pryskyřici jednotně skrz předlisek.

Předkládaný vynález rovněž v jednom aspektu navrhuje formu, která může být orientována horizontálně uvnitř lisu. Vstup, mající trysku, může být umístěn ve středu čela poloviny formy. Forma může mít kónické dutiny pro podporu odpovídajícího průtoku roztavené pryskyřice.

Předkládaný vynález se rovněž v jednom aspektu týká způsobu přetlačování pryskyřice, který zahrnuje: uložení porézního předlisku do formy; vstřikování roztavené pryskyřice nebo smoly do formy; umožnění pryskyřici nebo smole, aby zchladla pod teplotu tavení; a vyjmutí napuštěného předlisku z formy, přičemž forma zahrnuje horní polovinu, spodní polovinu proti horní polovině tak, že horní polovina a spodní polovina tvoří dutinu formy; alespoň jeden vstup umístěný v horní polovině nebo ve spodní polovině; ventil, který může vpouštět pryskyřici do vstupu; a uspořádání pro zajištění větrání a/nebo podtlaku (vakua) ve formě.

Porézním tělesem může být vláknitý předlisek, předlisek z uhlíkových nebo keramických vláken, předlisek z netkaných materiálů, předlisek ze ztužených vláken, porézní uhlíkové nebo keramické těleso, nebo pěnový předlisek nebo ztužený pěnový předlisek. Předlisek může být nauhličen nebo grafitizován. Předlisek může být infiltrován s využitím CVD/CVI. Předlisek může být předem infiltrován pryskyřicí. Předlisek může být zahříván na teplotu mezi přibližně 290 - 425 °C (554 - 797 °F) buď před nebo po vložení do formy. Předlisek může být zahříván na teplotu nad teplotou tavení pryskyřice nebo smoly. Forma se zahřívá na teplotu mezi přibližně 138 - 310 °C (280 - 590 °F). Pryskyřice nebo smola mohou být odvozeny z uhelného dehtu, ropných nebo syntetických smolových prekurzorů, jako je syntetická smola, smola z uhelného dehtu, ropná smola, mezofázová smola, termosetová pryskyřice s vysokou výtěžností uhlíku, nebo jejich kombinace. V jedné formě může být uloženo množství součástí.

Navíc podle jednoho aspektu předkládaného vynálezu zahuštěná součást může být následně po zahušťování upravovávána při zvýšené teplotě v prostředí obsahujícím kyslík pro účinné vytvoření příčných vazeb termoplastické pryskyřice. Tento proces, podobný procesu, který je prováděn při výrobě uhlíkových vláken na bázi smoly, fixuje matrici na místě uvnitř předlisku a brání měknutí, nadouvání a vytěsňování matrice během následujícího ohřevu nad teplotu tavení pryskyřice. Oxidační stabilizaci může způsobit ohřev zahuštěné součásti za přítomnosti kyslíku na teplotu menší, než je teplota tání pryskyřice, což je kolem 302 - 482 °F (150 - 250 °C), obvykle kolem 338 °F (170 °C). Další úpravy zahuštěné součásti mohou zahrnovat nauhličování, grafitizaci a opětovné napouštění s využitím RTM nebo CVD/DVI.

Cíle, znaky a výhody předkládaného vynálezu budou plněji zřejmé z následujícího detailního popisu výhodných provedení ve spojení s odkazy na připojené výkresy a z připojených patentových nároků.

Předkládaný vynález je možné poněkud lépe pochopit z detailního popisu uvedeného níže a z připojených výkresů, které jsou uváděny pouze pro účely ilustrace a tudíž nijak neomezují předkládaný vynález. Výkresy nejsou kresleny v měřítku.

Přehled obrázků na výkresech

Obr.1a a obr. 1b znázorňují půdorys a bokorys vláknitého předlisku, který může být zpracován podle předkládaného vynálezu;

Obr.2a znázorňuje přetlačovací lis pro pryskyřici podle jednoho provedení předkládaného vynálezu;

Obr.2b znázorňuje detailně vytlačovací zařízení přetlačovacího lisu;

Obr.3 znázorňuje průřez formou podle jednoho provedení předkládaného vynálezu, včetně schéma toku pryskyřice kolem a skrz předlisek;

Obr.4 znázorňuje průřez kuželově zkosenou dutinou formy podle jednoho provedení předkládaného vynálezu; včetně schéma toku pryskyřice kolem a skrz předlisek;

Obr.5 znázorňuje horní a spodní polovinu formy, odpovídající průřezům podle obr. 3 a obr. 4 podle předkládaného vynálezu;

Obr.6 znázorňuje alternativní provedení spodní poloviny formy podle předkládaného vynálezu;

Obr.7 znázorňuje bokorys formy podle jednoho provedení předkládaného vynálezu;

Obr.8 znázorňuje půdorys jiného odvětrávacího uspořádání pro spodní polovinu formy podle jednoho provedení předkládaného vynálezu;

Obr.9 znázorňuje bokorys uspořádání dvou předlisků v dutině formy podle jednoho provedení předkládaného vynálezu;

Obr.10 znázorňuje schéma toku pryskyřice nebo smoly skrz stohované předlisky podle jednoho provedení předkládaného vynálezu;

Obr.11 znázorňuje vztah mezi viskozitou a teplotou AR pryskyřice;

Obr.12 znázorňuje rozsah teploty a viskozity, vhodný pro napouštění smolou.

Příklady provedení vynálezu

Způsob rychlého zahušťování porézního tělesa nebo předlisku (například uhlíkovými vlákny vyztuženého předlisku nebo porézního ztuženého předlisku) zahrnuje jeden nebo více kroků infiltrace a nauhličování s využitím vysoce viskózní pryskyřice s vysokou výtěžností uhlíku. Infiltračním médiem může být smola z uhelného dehtu, ropná smola, mezofázová smola, termosetová pryskyřice s vysokou výtěžností uhlíku nebo jejich kombinace. Znaky, samostatně nebo v kombinaci, způsobu podle předkládaného vynálezu (a vzhledem k obvyklému procesu RTM) zahrnují:

a) použití smoly nebo pryskyřice s vysokou viskozitou a s vysokou teplotou tavení,

b) použití smoly nebo pryskyřice s vysokou výtěžností uhlíku,

c) použití vytlačovacího zařízení pro přímé tavení a míchání,

d) použití relativně silných součástí,

e) použití uhlíkových pěnových předlisků,

f) použití tuhých, porézních těles,

g) dosažení rychlé infiltrace (řádově v sekundách) součásti,

h) použití studenějších teplot forem v důsledku rychlé infiltrace,

i) schopnost napěnit napouštěnou smolu nebo pryskyřici během procesu RTM pro vytvoření dodatečné povrchové plochy pro podporu CVD/CVI, tepelných vlastností nebo modifikaci povrchové plochy,

j) schopnost propůjčit strukturu toku při infiltraci s kapalným krystalem, jako je mezofázová smola, a

k) schopnost přimíchávat další materiály do pryskyřičné taveniny před infiltrací.

Následující příklady popisují použití kombinovaného vytlačování, zásobníku a technologií formování pro vytvoření unikátního vybavení a způsobů pro zahušťování porézních těles s vysoce viskózními pryskyřicemi s velkou výtěžností uhlíku.

Pro účely této přihlášky vynálezu je pryskyřice definována jako termoplastický nebo termosetový kapalný prekursor, včetně fenolové, furfurylové pryskyřice, a rovněž smoly zahrnující ty, které jsou odvozeny z uhelného dehtu, ropy, syntetických, tepelně upravovaných a katalyticky přeměňovaných smol, mezofázových smol, a rovněž pre-keramické polymery, jako je Ceraset® dostupný od firmy Commodore Technologies, Inc.

Pro účely této přihlášky vynálezu je forma definována jako úložná nádoba, ve které je obsaženo porézní těleso nebo předlisek a do které probíhá infiltrace pryskyřice.

19.05.03

V prvních dvou příkladech porézní vláknitý předlisek pro výrobu v malém měřítku, podobný tomu, který je používán v brzdových aplikacích u letadel, byl zahušťován pryskyřicí s vysokou výtěžností uhlíku. Obr. 1a a obr. 1b znázorňují půdorys a bokorys vláknitého předlisku použitého pro tyto příklady. Takový předlisek 1 může mít průměr 5 palců (12,7 cm). Ve středu předlisku 1 je otvor 2, který může mít průměr od 0,5 palce (1,27 cm) do několika palců. Předlisek 1 může mít tloušťku 1 palec (2,54 cm).

Počáteční experimenty byly provedeny s použitím vytlačovacího zařízení, jako je například vytlačovací zařízení Killion, osazeného s hliníkovou formou vybavenou malým odvětrávacím otvorem, například 0,031 palce (0,79 mm) otvorem lisu pro umožnění odvětrávání zachyceného vzduchu a těkavých látek z předlisku během napouštění. Toto ústí bylo zkonstruováno pro udržování zpětného tlaku na formu při daných rpm (otáčkách za minutu) vytlačovacího zařízení, což tlakuje formu a umožňuje jednotnou infiltraci porézního předlisku s pryskyřicí. Smolový prášek nebo pelety byly přiváděny do vytlačovacího zařízení s jedním šnekem. Vytlačovací zařízení bylo vybaveno ohřívacími zónami podél bubnu. Pryskyřice (AR smola) byla tavena ve vytlačovacím zařízení předtím, než byla vytlačena přímo do zahřáté formy.

PŘÍKLAD 1

Vytlačovací zařízení Killion s poměrem délky ku průměru 35:1 a s 5 ohřívacími zónami podél bubnu bylo spřaženo přímo s ohřátou hliníkovou formou. Teplotní profil vytlačovacího zařízení byl následující:

Přiváděcí úsek =	240 °C (464 °F)	Zóna 1
	278 °C (532 °F)	Zóna 2
	310 °C (590 °F)	Zóna 3
	305 °C (581 °F)	Zóna 4
	300 °C (572 °F)	Zóna 5
	305 °C (581 °F)	Lisovací zóna
	300 °C (572 °F)	Forma

Vláknitý předlisek byl předem zahříván ve formě po dobu 2 hodiny, dokud nebylo dosaženo vnitřní teploty 285 °C (545 °F) před infiltrací. Vytlačovací šnek byl nejprve spuštěn s rychlostí 20 rpm (ot/min), která byla během chodu snížena na 15 rpm. Do vytlačovacího zařízení byla přiváděna pryskyřice AR smoly přes násypku a byla vytlačována do porézního vláknitého předlisku během 2 hodinové periody při tlaku taveniny 800 až 900 psi (5,52 až 6,21 MPa). Byla měřena skutečná teplota pryskyřičné taveniny s použitím termoelektrického článku umístěného v toku taveniny. Teplota taveniny během infiltrace byla 318 °C až 321 °C (604 - 610 °F) a je vyšší, než jsou nastavené teploty vytlačovacího zařízení v důsledku další střihové energie dodané tavenině šnekem ve vytlačovacím zařízení. Vytlačovací šnek byl spouštěn a vypínán v průběhu 2 hodinového cyklu pro udržení tlaku taveniny na 800 až 900 psi (5,52 - 6,21 MPa). Po přibližně 10 až 15 minutách bylo pozorováno, že pryskyřice uniká odvětrávacím otvorem o velikosti 1/32" (0,79 mm), umístěným na boku formy.

Po dvou hodinách byla forma ochlazena a zdroj tepla byl vypnut. Poté, co ohřev byl vypnut po dobu kolem 30 minut,

byla forma demontována a součást byla vyjmuta. Po vyjmutí byla součást rozříznuta na poloviny a vizuálně prozkoumána. Součást byla téměř zcela vyplněna pryskyřicí, ale obsahovala malou suchou oblast a vykazovala určité znaky oddělování mezi vrstvami tkaniny.

Ačkoliv napouštění vysoce viskózní pryskyřice do porézního předlisku bylo úspěšné, bylo zde identifikováno ještě několik oblastí pro zlepšení, včetně:

1) Zkrácení doby napouštění;

2) Zmenšení velikosti suchých oblastí;

3) Eliminace sklonu součástí k oddělování vrstev.

RTM zahušťovací proces pro zahuštění CVD ztuženého, porézního předlisku je ilustrován v Příkladu 2. CVD ztužení předlisku bylo provedeno pro zpevnění porézního předlisku a pro snížení sklonu vláknitého předlisku k oddělování vrstev.

PŘÍKLAD 2

Netkaný porézní předlisek (z netkaného materiálu) byl nauhličen a podroben jednomu cyklu CVD zhušťování pro ztužení součástí před její infiltrací pryskyřicí.

Byl použit systém vytlačovacího zařízení Killion a formy, jako byl popsán v Příkladu 1. CVD ztužený vláknitý předlisek s průměrem 5 palců (12,7 cm), tloušťkou 1 palec (2,54 cm) a s otvorem o průměru 0,5 palce (1,27 cm), vyvrtaným ve středu, byl uříznut z předlisku kotoučové brzdy letadla o plné velikosti (viz obr. 1 a obr. 2). Hliníková forma měla průměr 6 palců (15,24 cm) a tloušťku 1 palec (2,54

19.05.03

cm) a byla vytvořena s odvětrávacím otvorem o velikosti 0,052 palce (1,32 mm). Větší odvětrávací otvor byl použit pro zlepšení odvětrávání pryskyřice (AR smola) z formy při současném udržení provozu vytlačovacího zařízení během celého procesu infiltrace. Cílem bylo udržet šnek v otáčení, udržet konstantní tlak, zajistit utěsnění pryskyřice podél šneku a zkrátit celkovou dobu cyklu ze 2 hodin na 15 minut. Nastavení vytlačovacího zařízení bylo následující:

Přiváděcí úsek =	240 °C (464 °F)	Zóna 1
	278 °C (532 °F)	Zóna 2
	310 °C (590 °F)	Zóna 3
	310 °C (590 °F)	Zóna 4
	305 °C (581 °F)	Zóna 5
	305 °C (581 °F)	Lis
	305 °C (581 °F)	Lis (doplňkový řadič lisu)
	305 °C (581 °F)	Forma

Součást určená k infiltraci byla opětovně zahřívána ve formě pod dobu 2 hodin před spuštěním vytlačovacího zařízení. Pryskyřice (AR mezofázová smola) byla přiváděna z násypky do vytlačovacího zařízení. Pryskyřice byla vytlačována po dobu 15 minut, dokud nebylo pozorováno, že pryskyřice vystupuje z odvětrávacího otvoru. Forma potom byla ochlazována po dobu 20 minut. Během infiltrace tlak klesl z počátečních 850 psi (5,86 MPa) na 260 psi (1,79 MPa) v důsledku prosakování přírubového plochého těsnění ve formě.

Předlisek měl počáteční hmotnost před infiltrací 0,815 liber (369,7 g) a získal 0,172 liber (77,9) g na

19.05.03

finální hmotnost 0,987 liber (447,6 g). Počáteční hustota byla 0,048 lb/in^3 (1,34 g/cm^3) a finální hustota byla 0,059 lb/in^3 (1,63 g/cm^3). Předlisek byl rozříznut na poloviny, přičemž bylo shledáno, že byl zcela vyplněn až na jednu malou suchou oblast. Tato suchá oblast mohla být způsobena prosakování plochého těsnění formy a výsledným poklesem tlaku při infiltraci. Neprojevovalo se ale žádné oddělování vrstev v CVD ztuženém předlisku zahuštěném vysoce viskózní pryskyřicí (AR mezofázová smola).

Výsledky z počátečních experimentů s přetlačováním pryskyřice naznačily, že infiltrace vláknitých předlisků s vysoce viskózní pryskyřicí s velkou výtěžností uhlíku (AR mezofázová pryskyřice) je dosažitelná s využitím procesů formování pryskyřice. Následující popis a následné příklady demonstrují napouštění větších předlisků, které jsou typické při použití v aplikacích pro brzdové systémy letadel, s využitím způsobu a zařízení podle předkládaného vynálezu.

Obr. 2a znázorňuje zařízení pro přetlačování pryskyřice podle předkládaného vynálezu. Obr. 2b znázorňuje detailněji vytlačovací zařízení. Surový materiál, obvykle pryskyřice AR mezofázová smola, dodávaná například firmou Mitsubishi Gas Chemical Company, Inc., je naložena do násypky 3 upevněné k vytlačovacímu zařízení 4. Vytlačovacím zařízením může být vytlačovací zařízení s jedním šnekem, dvou-šnekové vytlačovací zařízení, odvětrávané dvou-šnekové vytlačovací zařízení nebo vytlačovací zařízení s vratným šnekem. Vytlačovací šnek 5 může být buď jedním šnekem nebo dvojitým šnekem, ale z ekonomických důvodů je upřednostňováno vytlačovací zařízení s jedním šnekem. Vytlačovací šnek 5 vede pryskyřici skrz vstupní ústí 70 a postupně zahřívá

pryskyřici, jak je transportována dále po délce bubnu 6. Rotační míchadlo pomáhá zajistit homogennější taveninu dodáním mechanické práce pryskyřici. Rotační míchadlo rozbíjí strukturu toku pryskyřice a rovněž zlepšuje promíchání příměsí v jedno-šnekovém vytlačovacím zařízení aplikací střihu na materiál. Statické míchadlo 72 obsahuje prvky pro statické promíchávání. Jsou zde svařeny dohromady tyče z nerezové oceli, což vytváří průtokové kanálky pro vedení roztavené pryskyřice (a jakýchkoliv dalších příměsí) od středu bubnu ke stěně bubnu a obráceně. Každý takový míchací prvek je otočen o několik stupňů vzhledem k sousednímu prvku. Rotační míchadlo a prvky statického míchadla na konci vytlačovacího šneku umožňují použít jedno-šnekové vytlačovací zařízení, neboť zlepšují promíchání pryskyřičné taveniny a omezují změny teploty. Pryskyřice je potom transportována do zásobníku 8. Zásobníkem 8 může být pístový zásobník. Zásobníkem může být rovněž hydraulicky ovládaný, pístový zásobník. Tlak pryskyřičné taveniny, vytvářený vytlačovacím zařízením, tlačí píst 7 zásobníku 8 dozadu do požadované polohy. Předkládaný vynález může být rovněž realizován prostřednictvím přímého vstřikování taveniny bez využití zásobníku 8 a pístu 7. Jak byl nashromážděn požadovaný objem pryskyřice, píst 7 zásobníku se posune dopředu a tlačí řízený objem pryskyřice skrz přenosovou trubku 9 do dutiny formy. Ve spojení s přenosovou trubkou je vytvořeno uspořádání ventilů (není znázorněno) pro řízení toku respektive zpětného toku pryskyřice. Součást určená k infiltraci je obsažena uvnitř formy 10. Teplota formy je řízena s použitím olejového cirkulátoru vybaveného tepelným výměníkem. Teplota vytlačovacího zařízení je udržována prostřednictvím řad vodou

chlazených topných těles 11 z litého hliníku a řad regulátorů teploty (nejsou znázorněny).

Součást určená k infiltraci je předem zahřáta v peci nebo uvnitř dutiny formy na nebo nad teplotu pryskyřičné taveniny. Forma je obsažena nebo umístěna uvnitř lisu 12. Lisem 12 může být hydraulický lis. Ačkoliv je na obr. 2 znázorněn vertikálně působící lis, mohl by být také samozřejmě použit horizontálně působící lis. Také forma nemusí být nutně umístěná zcela uvnitř lisu. Stahovací síla lisu 12, která je závislá na velikosti použité součásti (500 tunový lis byl použit v uváděných příkladech) působí proti tlaku pryskyřice, která je tlačena do dutiny formy. Forma 10 je rovněž zahřívána. Infiltrovaná součást zůstává uvnitř formy 10, dokud pryskyřice nezchladne pod teplotu tání, součást se potom vyjme.

Jeden režim realizace procesu zahrnuje vyčerpání (evakuování) formy před a/nebo během infiltrace. Tento postup vyžaduje, aby forma byla přiměřeně dobře utěsněna a udržela vakuum (podtlak). Využití podtlaku je ale příčinou zvýšené složitosti a vyšších nákladů. Výhodný způsob podle vynálezu využívá konstrukce forem, znázorněné na obr. 3, obr. 4 a obr. 5. Základem těchto konstrukcí je to, že pryskyřice proudí volně kolem vnitřního průměru (ID), vršku a spodku porézního předlisku nebo kotouče. Kroužky 20 a 21 na vnějším průměru (OD) formy (nebo úzké štěrbiny v důsledku zkosených stěn 30 a 31) vlastně tlačí pryskyřici a rovněž vzduch, původně obsažený v součásti, a těkavé látky, unikající z pryskyřice, skrz součást a k odvětrávacímu otvoru 22 a 32 na OD součásti, vytvořenému vyvložkováním polovin formy od sebe. Pokud je forma utěsněna a není aplikováno vakuum (podtlak), pryskyřice

zcela obklopí součást a infiltruje do ní ze všech stran. Vzduch, původně se nacházející v součásti, a těkavé látky, unikající z pryskyřice, jsou stlačovány na menší a menší objem, jak pryskyřice vyplňuje součást a tlak s zvyšuje v dutině formy. To nakonec vede na malou porézní oblast "suchý bod", která není napuštěna pryskyřicí. Konstrukce formy s výstupky byla ilustrována pro eliminaci problému suchých bodů v součásti bez potřeby vytvoření vakua v dutině formy.

Obr. 3 znázorňuje průřez formou podle jednoho provedení předkládaného vynálezu. Předlisek 18 v podobě prstencového kroužku je uložen v prstencové dutině 19. Prstencová dutina 19 formy je plněna uprostřed skrz centrální vstup 13, řízený horním vstupem 14 a spodním vstupem 15. Spodní vstup 15 je osazen tryskou 16 mající uzavírací tyč 17. Prstencová dutina 19 je osazena dvěma kroužky 20 respektive 21 na vnějším průměru (OD). Každý z OD kroužků 20, 21 má s předliskem přesah přibližně 1/4 palce až 1/2 palce (6,35 - 12,7 mm). Menší vůle mezi předlisky a OD kroužky usnadňuje pohlcování toku roztavené pryskyřice vytvořením rozdílu v odporu vůči toku ve formě od konce, majícího OD kroužky 20 respektive 21, ke ID vstupu (na vnitřním průměru). Tento rozdíl má větší odporu vůči toku na konci u OD kroužku a nižší odpor vůči toku podél předlisku, takže vysoce viskózní pryskyřice může účinně infiltrovat předlisek. Odvětrávací otvor 22 eliminuje zachycený vzduch, těkavé plyny a přebytečnou pryskyřici. Ačkoliv proces může být prováděn s využitím nebo bez využití vakua (podtlaku), je tento proces tak účinný, že vakuum není požadováno.

Obr. 4 znázorňuje průřez formou s kuželově zkosenou formu podle jednoho provedení předkládaného vynálezu.

19.05.03

Prstencová dutina 29 formy je plněna uprostřed skrz centrální vstup 23, řízený horním vstupem 24 a spodním vstupem 25. Spodní vstup 25 je osazen tryskou 26 mající uzavírací tyč 27. Prstencový předlisek 28 v podobě prstencového kroužku je uložen v prstencové dutině 29 formy. Prstencová dutina 19 je osazena kuželově zkosenými stěnami 30 respektive 31. Směr kuželového zkosení horní stěny a spodní stěny je ke středu dutiny, jak se dutina blíží k obvodu formy. Menší vůle mezi kuželově zkosenou oblastí a vnější hranou předlisku na vnějším průměru formy omezuje tok, což umožňuje vysoce viskózní pryskyřici, aby účinně infiltrovala předlisek způsobem podobným, jako tom u bylo u provedení podle obr. 3, totiž vytvořením rozdílu v odporu vůči toku. Odvětrávací otvor 32 eliminuje zachycený vzduch, těkavé plyny a přebytečnou pryskyřici. Ačkoliv proces může být prováděn s využitím nebo bez využití vakua (podtlaku), je tento proces tak účinný, že vakuum není požadováno.

Obr. 3 a obr. 4 znázorňují formy mající pouze jednu dutinu. Alternativně by dutina formy mohla být zkonstruována tak, aby obsahovala množství porézních těles. Dutiny (nebo komory) reprezentují kompromis různá vzájemně soupeřící konstrukční hlediska, jejichž vzájemné priority se mění od aplikace k aplikaci.

Odvětrávání se rovněž provádí skrz povrchy formy. Obr. 5 je pohledem na hodní a spodní polovinu prstencové formy s jednou dutinou v provedení podle předkládaného vynálezu. Spodní polovina formy má vodící čepy 33a, 33b, 33c a 33d pro usnadnění vyrovnání horní a spodní poloviny formy. Centrální dutina 35 formy má vstup 36 pro vstřikování smoly nebo pryskyřice. Mezi vodícími čepy 33a, 33b, 33c a 33d a

komorou 35 formy je umístěno vyvložkování 34a, 34b, 34c a 34d, které umožňuje rovnoměrné odvětrávání atmosféry a těkavých látek z dutiny formy. Vyvložkování může mít tloušťku od 0,005" do 0,200" (0,13 - 5,1 mm). Alternativně by pro zajištění odvětrávání mohly být použity trvalé rozpěrky nebo vytvořené drážky.

Odvětrávání je prováděno během vstřikování pryskyřice do formy. Alternativně může být ve formě vytvořeno vakuum (podtlak) před vstřikováním pryskyřice. Vakuum může být rovněž vytvářeno ve formě v průběhu vstřikování pryskyřice.

Obr. 6 znázorňuje pohled shora (půdorys) na spodní polovinu formy podle jednoho provedení předkládaného vynálezu. Odvětrávací kroužek 37 je osazen čtyřmi odvětrávacími otvory 38a, 38b, 38c a 38d. Vstup 15 je umístěn v dutině 29 komory. Odvětrávací otvory 38a, 38b, 38c a 38d jsou kanálky spojeny s vnějším odvětrávacím vstupem 39, který může mít otvor například o velikosti 0,062 palce (1,6 mm). Odvětrávací vstup 39 obklopuje topný pásek 40.

Obr. 7 znázorňuje pohled v bokorysu na formu podle jednoho provedení předkládaného vynálezu. Spodní polovina 41 formy lícuje dohromady s horní polovinou 42 formy pro vytvoření úplné sestavy formy mající válcovou dutinu. Odvětrávací vstup 39 je umístěn ve spodní polovině 41 formy. Odvětrávací vstup 39 může mít, například, průměr buď 0,062 palce (1,6 mm) nebo 0,125 palce (3,2 mm).

Obr. 8 znázorňuje pohled shora (půdorys) na další odvětrávací uspořádání pro spodní polovinu formy podle jednoho provedení předkládaného vynálezu. Odvětrávací otvory 43a, 43b, 43c a 43d jsou kanálky spojené s vnější

odvětrávacím vstupem 44. V tomto provedení je odvětrávací vstup 44 za účelem kontinuálního odvětrávání instalován s provrtaným šroubem 45 s průměrem otvoru například 0,062 palce (1,6 mm) nebo 0,125 palce (3,2 mm). Vnitřní vstupy 46 vedou vypouštěný plyn k odvětrávacímu vstupu 44.

Jak je znázorněno na obr. 8, byla vytvořena další modifikace pro udržení jednotného tlaku v dutině formy v průběhu procesu infiltrace a pro pomoc při udržení roztavené smoly ve vstupu do odvětrávacích otvorů a vstupů. Tento přidaný znak zahrnuje vytvoření závitů na odvětrávacích otvorech (vstupech 46 odvětrávacího kroužku) 43a, 43b, 43c a 43d a vložení vložek s malými ústími pro vytvoření tlakového spádu. To pomáhá při řízení tlaku v dutině (jednotný v průběhu vstřikování) a umožňuje to roztavené smole, aby tuhla (protože odvětrávací otvory 43a, 43b, 43c a 43d mají obklopující formu jako tepelnou jímku) a nevtékala do vnitřních vstupů.

Předkládaný vynález dosahuje zahuštění předlisku s roztavenou smolou prostřednictvím vytlačování a vstřikování smoly. Další výhoda ale spočívá v tom, že vytlačování a vstřikování smoly do formy a předlisku s využitím vstřikovací jednotky pro dodání jednotného tlaku je velmi rychlým procesem. Vstřikování předlisků probíhá velmi rychle, řádově za méně než minutu a dokonce až za několik sekund v závislosti na velikosti předlisku. Proces vstřikování je dostatečně rychlý pro umožnění dosažení mnohem chladnějších teplot formy, dokonce i pod teplotou tání pryskyřice. Porézní předlisek ale musí být předem zahřátý na teplotu nad teplotou měknutí smoly, aby se umožnilo roztavené pryskyřici pod tlakem proudit do předlisku. Průmyslová efektivita vyžaduje,

19.05.03

aby tento proces byl dokončen rychle. Správné řízení vytváření tlaku urychluje proces infiltrace.

Se správným řízením tlaku mohou být předlisky napouštěny mnohem rychleji bez vytváření extrémních sil v dutině formy, které by mohly způsobit otevření lisu během procesu napouštění. Forma se otevírá, když síly uvnitř dutiny formy jsou větší než aplikovaná tonáž sevření, při vzetí do úvahy plochy dutiny formy a aplikované tonáže (například 500 tun). Tlaky taveniny během procesu napouštění by měly být menší než například 3000 psi ve formě pro předlisky kotoučových brzd letadla. Tento tlak je řízen prostřednictvím hydraulického systému a odvětrávání formy, jak je znázorněno na obr. 6 až obr. 8.

Obr. 9 znázorňuje uspořádání dvou předlisků v dutině formy podle jednoho provedení předkládaného vynálezu. Spodní předlisek 47 a horní předlisek 48 jsou stohovány mezi spodním povrchem 49 formy a horním povrchem 50 formy. Povrchové rozpěrky 51 a 53 jsou umístěny mezi předlisky 47 a 48 a příslušnými odpovídajícími povrchy 49 a 50 formy. Stohovací rozpěrky 52 jsou umístěny mezi předlisky. Povrchové rozpěrky 51 a 53 mohou být silné 0,125 palce (3,2 mm) a stohovací rozpěrky 52 mohou být silné 0,062 palců (1,6 mm).

Obr. 10 znázorňuje tok pryskyřice nebo smoly skrz stohované předlisky podle předkládaného vynálezu. Pryskyřice vstupuje do formy ze vstupu 54 a protéká rovnoměrně skrz a kolem předlisků 55 a 56 tak, aby zajistila jednotné napuštění předlisků. Proudové čáry toku smoly od předlisků znázorňují tok směrem k odvětrávacímu kroužku (není znázorněn).

19.05.03

Výhody RTM zahušťování oproti jiným, například CVD, způsobům zahušťování zahrnují rychlou infiltraci, jednotnější hustoty přes tloušťku, schopnost vyplnit (zahustit) velké vnitřní póry a dosažení větších finálních hustot. Zařízení a způsob podle předkládaného vynálezu mají za následek účinné zahuštění předlisků s vysoce viskózní mezofázovou smolou.

AR mezofázová smola má vyšší viskozitu (při teplotách až k a pod teplotou napouštění 290 °C), než běžné, komerčně dostupné napouštěcí prostředky na bázi smoly, jako například A240 (viz obr. 11). Přestože je její viskozita vysoká vzhledem k A240, je stále ještě dostatečně nízká (>1,5 pa.s) pro umožnění úplné infiltrace do předehřátého předlisku s využitím předkládaného vynálezu. Doplňkovou výhodou relativně vysoké viskozity AR smoly je to, že smola tuhne rychle při ochlazení na teploty < 290 °C. To umožňuje zvýšit výrobní rychlost součástí prostřednictvím RTM procesu. Křivka viskozity vzhledem k teplotě pro AR spadá do "zpracovatelského okna", jak je definováno Whitem a Gopalakrishanem (viz obr. 12) (J.L. White a M.K.Gopalakrishnan, Extended Abstracts of 20th Bienial Conference on Carbon, 1991, 184). Vedle svojí vysoké viskozity má AR smola, když je oxidačně stabilizována, vysokou výtěžnost uhlíku (to jest > 85 % hmotnostních). Právě tato kombinace vlastností odlišuje AR smolu od jiných napouštěcích prostředků na bázi smoly, přičemž předkládaný vynález (to jest RTM) efektivně využívá tuto unikátní kombinaci vlastností.

Do pryskyřice nebo smoly může být přidáno množství ingrediencí, například sloučeniny na bázi fosforu, boru a křemíku. Tyto ingredience mohou zahrnovat nadouvadla, uhlík,

grafit, keramiku, antioxidační činidla, činidla podporující vytváření křížových vazeb, jíly a křemičitany. Plynný dusík je typickým nadouvadlem, přičemž rovněž mohou být použita jiná nadouvadla.

Zařízení a způsob v provedeních podle předkládaného vynálezu se týká schopnosti infiltrovat součást s vysoce viskózní, termoplastickou pryskyřicí, jako je mezofázová smola. V dosavadním stavu techniky byly obvykle používány termosetové pryskyřice s nízkou viskozitou. Předlisek může mít poréznost od 20 do 70 %. Způsob v provedení podle vynálezu zahrnuje uložení porézního předlisku do formy, následované vyčerpáním (evakuací) formy před vstřikováním. Vakuum (podtlak) může být rovněž aplikováno ve formě v průběhu vstřikování. Alternativně nemusí být vakuum použito vůbec. Předlisek může být předehřátý nebo zahřátý uvnitř formy. Roztavená smola se potom vstřikuje do formy pro zahuštění předlisku. Pryskyřici je umožněno, aby zchladla uvnitř formy. Napuštěný předlisek se potom z formy vyjme.

Forma může být upravena prostředkem podporujícím uvolnění pro usnadnění vyjmutí zahuštěného předlisku. Účinným prostředkem podporujícím uvolnění je Release Coating 854, dostupný od firmy Huron Technologies, Inc. Jiné, komerčně dostupné prostředky podporující uvolnění mohou být rovněž účinně použity.

PŘÍKLAD 3

Bylo použito zařízení pro injekční vstřikování, popsané ve spojení s odkazy na obr. 2. Hydraulický lis měl upínací (svírací) schopnost 500 tun. Zásobník měl teoretický

19.05.03

objem 547 palců krychlových (13880 cm^3) a změřený objem s využitím pryskyřice je kolem 830 palců krychlových (13601 cm^3) Když je úplně vyplněn pryskyřicí AR smola, zásobník obsahuje přibližně 37 liber (16,8 kg) pryskyřice. Teploty ve vytlačovacím zařízení mohly být měřeny v 6 místech v bubnu vytlačovacího zařízení, hlavě vytlačovacího zařízení, adaptéru průtoku, hlavě zásobníku, zásobníku, vypouštěcím ventilu, vypouštěcí trubce, trubce pro taveninu, bloku trysky, rozšíření trysky a vstupním ústí. Teplo se dodává do vytlačovacího zařízení prostřednictvím elektrického topného tělesa a forma se ohřívá prostřednictvím cirkulace horkého oleje. Vytlačovací šnek vytváří tlak uvnitř pryskyřičné taveniny a tento tlak se udržuje v zásobníku.

Součást byla předehřáta na 707 °F (350 °C) v peci a přenesena do dutiny formy těsně před procesem infiltrace. Udržování součásti nad teplotou tavení v průběhu vstřikování umožňuje, aby smola protékala skrz předlisek. To rovněž vyžaduje, aby tlaky byly udržovány po dobu několika minut, aby se smole umožnilo infiltrovat malé póry. V tomto příkladu byla smola vytlačována přímo do formy spíše než aby byl použit zásobník pro vstřikování roztavené pryskyřice, aby se tak simulovaly experimenty pro součásti v malém měřítku, prováděné s použitím vytlačovacího zařízení Killion.

Infiltrace AR mezofázové smoly byla prováděna na porézním předlisku z netkané látky, který byl předtím podroben 200 hodinovému cyklu CVD zahušťování.

Počáteční rozměry a hmotnosti předlisku jsou následující:

19.05.03

Tloušťka = 0,875" (2,2 cm), ID = 10,9" (27,7 cm), OD = 18,6" (47,2 cm), hmotnost 7,04 libry (3193 g), hustota = 0,046 lb/in^3.

teplotní profil - zařízení pro konstrukční injekční vstřikování typu Wilmington

Přiváděcí úsek =

460 °F (238 °C) Buben

530 °F (277 °C) Buben

550 °F (288 °C) Buben

572 °F (300 °C) Buben

572 °F (300 °C) Buben

580 °F (304 °C) Buben

580 °F (304 °C) Hlava vytlačovacího zařízení

580 °F (304 °C) Adaptér průtoku

580 °F (304 °C) Hlava zásobníku

580 °F (304 °C) Zásobník

572 °F (300 °C) Vypouštěcí ventil

572 °F (300 °C) Vypouštěcí trubka

572 °F (300 °C) Trubka pro taveninu

572 °F (300 °C) Blok trysky

560 °F (293 °C) Rozšíření trysky

120 °F (49 °C) Vstupní ústí

Teplota formy byla 560 °F (293 °C) a předlisek byl předehřátý na 716 °F (380 °C). Vytlačovací šnek byl otáčen s rychlostí 30 rpm (otáček za minutu), a zásobník o objemu 830

19.05.03

in^3 (13604 cm^3) byl naplněn z 47 %. Zásobník byl vypuštěn v průběhu 18 až 20 sekund, přičemž naplnil formu a předlisek. Ke konci vypouštění zásobníku bylo dosaženo maximálního tlaku 2400 psi (16,6 MPa). Odvětrávací vstup o velikosti 0,062 palce (1,6 mm) byl umístěn na boku formy, jak je znázorněno na obr. 6. Nejprve byly z tohoto odvětrávacího vstupu vypouštěny těkavé látky, následované roztavenou smolou. Po infiltraci byla součást ochlazována po dobu 10 minut pro ztuhnutí pryskyřice a byla vyjmuta z formy. Předlisek měl počáteční hmotnost 8,77 liber (3986 g) a počáteční hustotu 0,050 lb/in^3 (1,39 g/cm^3). Po infiltraci byla hmotnost předlisku 10,40 liber (4727 g) a hustota byla 0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3). Infiltrovaný předlisek byl rozříznut na poloviny. Bylo pozorováno, že předlisek je dobře vyplněn až na malou ne-infiltrovanou oblast v blízkosti středu předlisku.

PŘÍKLAD 5

Bylo demonstrováno napouštění množství předlisků s využitím zařízení popsaného s odkazy na obr. 2 a v Příkladu 3. Dva předlisky z netkaného materiálu, podrobené jednomu cyklu CVD, byly infiltrovány s použitím AR smoly. Tyto dva předlisky byly stohovány vzájemně na sobě s malými kousky plochého těsnění z materiálu odolného vůči vysokým teplotám (kroužky o průměru 1 palec (2,54 cm)), které oddělovaly součásti pro umožnění pryskyřici, aby proudila kolem předlisků, jak je znázorněno na obr. 9 a obr. 10. Kousky plochého těsnění, silného 0,125 palce (3,2 mm) byly použity mezi předlisky a povrchy formy a plochá těsnění o síle 0,062 palce (1,6 mm) byla použita mezi dvěma předlisky.

19.05.03

Vytlačovací šnek byl otáčen s rychlostí 30 rpm a zásobník byl naplněn z 90 %. Zásobník byl vypuštěn během přibližně 40 sekund, přičemž bylo dosaženo maximálního tlaku 2750 psi (18,96 MPa) na konci infiltrace. Infiltrované předlisky byly ochlazovány po dobu 10 minut pro ztuhnutí roztavené pryskyřice. Hmotnosti a hustoty předlisků před a po infiltraci byly následující:

TABULKA 1

	Předlisek 1	Předlisek 2
Počáteční hmotnost	6,93 liber (3143 g)	7,11 liber (3225 g)
Počáteční hustota	0,045 lb/in^3 (1,24 g/cm^3)	0,046 lb/in^3 (1,27 g/cm^3)
Finální hmotnost	9,29 liber (4214 g)	9,33 liber (4232 g)
Finální hustota	0,060 lb/in^3 (1,65 g/cm^3)	0,060 lb/in^3 (1,67 g/cm^3)

PŘÍKLAD 6

Napouštění uhlíkové pěny, jako je popsáno v US patentu (patent hybridní pěna) bylo demonstrováno s použitím zařízení popsaného ve spojení s odkazy na obr. 2 a v Příkladu 3. Pěnový předlisek byl infiltrován prostřednictvím vytlačování roztavené smolné pryskyřice přímo do formy obsahující předlisek. Sypná hmotnost (hustota) pěnového předlisku byla 0,032 lb/in^3 (0,89 g/cm^3) před infiltrací a 0,057 lb/in^3 (1,57 g/cm^3) po infiltraci.

PŘÍKLAD 7

Napouštění předlisku, sestaveného ze sekaných uhlíkových vláken na bázi PAN a nauhličiné mezofázové smoly, jako je popsáno v US patentu (patent s dmýcháním vzduchu) bylo demonstrováno s použitím zařízení popsaného ve spojení s odkazy na obr. 2 a v Příkladu 3.

Podmínky provozu vytlačovacího zařízení byly následující:

460 °F (238 °C) Buben

530 °F (277 °C) Buben

560 °F (293 °C) Buben

572 °F (300 °C) Buben

576 °F (302 °C) Buben

580 °F (304 °C) Buben

580 °F (304 °C) Hlava vytlačovacího zařízení

580 °F (304 °C) Adaptér průtoku

580 °F (304 °C) Hlava zásobníku

580 °F (304 °C) Zásobník

572 °F (300 °C) Vypouštěcí ventil

576 °F (302 °C) Vypouštěcí trubka

580 °F (304 °C) Trubka pro taveninu

580 °F (304 °C) Blok trysky

565 °F (296 °C) Rozšíření trysky

120 °F (49 °C) Vstupní ústí

19.05.03

Před vytlačováním byla AR smolová pryskyřice sušena v systému Conair pro ukládání a sušení pryskyřice po dobu přibližně 4 hodiny při teplotě 190 °F (88 °C). Vytlačovací šnek byl otáčen rychlostí 30 rpm a zásobník byl naplněn z 54 %. Zásobník byl vypouštěn v průběhu 20 až 22 sekund, přičemž na konci infiltrace bylo dosaženo vstřikovacího tlaku 1800 psi (12,41 MPa).

Rozměry předlisku byly OD 18,42 palce (46,79 cm), ID 9,79 palce (24,87 cm) a tloušťka 1,21 palce (3,07 cm). Počáteční hmotnost a hustota byly 9,49 liber (4305 g) respektive 0,041 lb/in^3 (1,14 g/cm^3). Hmotnost a hustota po RTM infiltraci byly 13,28 liber (6023 g) respektive 0,057 lb/in^3 (1,59 g/cm^3).

PŘÍKLAD 8

Ve všech předcházejících příkladech rozříznutí předlisku po RTM infiltraci odhalilo malou ne-infiltrovanou oblast (suchý bod) v blízkosti středu předlisku v podobně prstencového kroužku. Lze předpokládat, že tento suchý bod vzniká proto, že forma umožňuje pryskyřici, aby obalila předlisek na všech stranách a infiltrovala do něj z vnějších povrchů směrem ke středu. Vysoce viskózní smola neumožňuje vzduchu, původně obsaženému uvnitř předlisku, aby unikal skrz pryskyřici k vnějšku součásti. Následující příklad demonstruje použití formy mající uspořádání, znázorněné na obr. 3, pro eliminaci suchého bodu prostřednictvím řízení toku pryskyřice kolem a skrz předlisek.

Bylo použito zařízení popsané ve spojení s odkazy na obr. 2 a v příkladu 3. Teplotní profil vytlačovacího zařízení byl následující:

Přiváděcí úsek =

460 °F (238 °C) Buben

530 °F (277 °C) Buben

565 °F (296 °C) Buben

572 °F (300 °C) Buben

576 °F (302 °C) Buben

580 °F (304 °C) Buben

580 °F (304 °C) Hlava vytlačovacího zařízení

580 °F (304 °C) Adaptér průtoku

580 °F (304 °C) Hlava zásobníku

580 °F (304 °C) Zásobník

565 °F (396 °C) Vypouštěcí ventil

580 °F (304 °C) Vypouštěcí trubka

580 °F (304 °C) Trubka pro taveninu

580 °F (304 °C) Blok trysky

565 °F (296 °C) Rozšíření trysky

120 °F (49 °C) Vstupní ústí

Vytlačovací šnek byl otáčen s rychlostí 20 rpm. Forma byla zahřáta na 450 °F (230 °C). Před infiltrací byl předlisek předehřát na 752 °F (400 °C v peci s cirkulací vzduchu. Povrchy formy byly vyvložkováním otevření o 0,040

19.05.03

palce (1,2 mm) pro umožnění odvětrávání vzduchu a těkavých látek na OD formy. Zásobník byl naplněn na 25 %, potom vyprázdněn v průběhu přibližně 20 až 25 sekund do dutiny formy pro provedení napouštění. Infiltrovaný předlisek byl potom ochlazován ve formě po dobu 15 minut pro ztuhnutí pryskyřice a potom byl vyjmut. Za těchto podmínek byly infiltrovány tři předlisky z netkaného materiálu, podrobené jednomu cyklu CVD. ID kotouče byl 12,32 palců (31,20 cm), OD byl 19,90 palců. Data před a po infiltraci jsou znázorněna níže:

TABULKA 2

Sériové číslo	Hmotnost před RTM	Hustota před RTM	Hmotnost po RTM	Hustota po RTM
98-918-10	9,78 lb (4438 g)	0,041 lb/in^3 (1,14 g/cm^3)	14,14 lb (6415 g)	0,060 lb/in^3 (1,64 g/cm^3)
98-918-11	9,91 lb (4496 g)	0,042 lb/in^3 (1,15 g/cm^3)	14,16 lb (6425 g)	0,060 lb/in^3 (1,64 g/cm^3)
98-918-12	10,32 lb (4683 g)	0,044 lb/in^3 (1,20 g/cm^3)	14,38 lb (6525 g)	0,061 lb/in^3 (1,67 g/cm^3)

Tlaky pryskyřice, dosažené během plnění formy číslo 1, 2 a 3 byly přibližně 1800 psi, 1400 psi respektive 1900 psi. Každá součást byla rozříznuta na 16 zhruba stejných segmentů po infiltraci. Nebyly nalezeny žádné ne-infiltrované oblasti. Hlavní výhodou použití RTM infiltrace oproti běžným zahušťovacím technologiím (například CVD) je to, že otevřené póry uvnitř součásti jsou zcela vyplněny pryskyřicí spíše, než aby byly potaženy tenkou vrstvou, jako v CVD. Při výrobě uhlíkového kompozitního finálního produktu ale pryskyřice

19.05.03

musí být pyrolyzovaná, aby se odstranily jakékoliv prvky neobsahující uhlík. Pokud je pro infiltraci použita pryskyřice s velkou výtěžností uhlíku, jako je AR smola, jsou dostupné dvě možnosti pro pyrolýzu. Pokud by infiltrovaná součást byla jednoduše zahřáta až na teplotu pyrolýzy, pak by se pryskyřice opětovně roztavila a vytekla (vypotila) by ze součásti. Jednou možností je pyrolyzovat s použitím izostatického tlakování za tepla (HIP). V tomto postupu součást musí být uložena do kontejneru a vybavení je z podstaty velmi nákladné a vyžaduje mnoho bezpečnostních opatření. Další možnost zahrnuje ohřev pryskyřicí infiltrované součásti v atmosféře obsahující kyslík na teplotu pod teplotou měknutí pryskyřice, obvykle mezi 302 °F (150 °C) a 464 °F (240 °C). Kyslík reaguje s pryskyřicí s vytváří v podstatě křížové vazby v pryskyřici. Jak kyslík reaguje s pryskyřicí je do materiálu absorbován kyslík a jeho hmotnost se zvětšuje. Pokud pryskyřice absorbuje vhodné množství kyslíku, může být teplota infiltrované součásti zvýšena na teploty pyrolýzy bez roztavení pryskyřice a bez vypocení (vytečení) jakékoliv pryskyřice z vnitřku součásti. Níže je uveden příklad úspěšné stabilizace a nauhličení kotouče infiltrovaného procesem RTM.

PŘÍKLAD 9

Šest brzdových kotoučů pro letadlo z netkaného materiálu bylo podrobeno jednomu cyklu CVD zahušťování, načež následovala RTM infiltrace, jak byla popsána v Příkladech 7 a 8. Výsledky po infiltraci jsou následující:

19.05.03

TABULKA 3

Sériové číslo	Hustota před RTM	Hustota po RTM
K93-252-411	0,049 lb/in^3 (1,35 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)
K93-252-412	0,049 lb/in^3 (1,35 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)
K93-252-419	0,049 lb/in^3 (1,37 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)
K93-252-420	0,049 lb/in^3 (1,36 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)
K93-252-427	0,049 lb/in^3 (1,35 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,71 g/cm^3)
K93-252-428	0,049 lb/in^3 (1,35 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)

Následně po infiltraci pryskyřice byly kotouče uloženy do pece s cirkulací vzduchu při teplotě 338 °F (170 °C) po dobu 18 dnů. Stupeň stabilizace je měřen určením procentního podílu hmotnostního zisku vzhledem k množství pryskyřice v součásti:

$$\%OMG = ([S-R]/[R-P])*100$$

kde:

P = hmotnost kotouče před RTM infiltrací

R = hmotnost kotouče po RTM infiltraci

S = hmotnost kotouče po kyslíkové stabilizaci

Po stabilizaci byly kotouče nauhličovány (pyrolyzovány) na teplotu 1652 °F (900 °C) v dusíkové atmosféře. Výsledky stabilizace a nauhličování jsou následující:

19.05.03

TABULKA 4

Sériové číslo	Hustota po RTM	% OMG	Hustota po nauhličování	Výtěžnost uhlíku (%)
K93-252-411	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	10,02	0,060 lb/in^3 (1,66 g/cm^3)	85,75
K93-252-412	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	9,12	0,060 lb/in^3 (1,66 g/cm^3)	85,12
K93-252-419	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	9,59	0,060 lb/in^3 (1,67 g/cm^3)	85,69
K93-252-420	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	9,95	0,060 lb/in^3 (1,67 g/cm^3)	85,89
K93-252-427	0,062 lb/in^3 (1,71 g/cm^3)	10,37	0,060 lb/in^3 (1,66 g/cm^3)	85,6
K93-252-428	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	10,28	0,060 lb/in^3 (1,66 g/cm^3)	85,55

Po nauhličení na teplotu 1652 °F (900 °C) kotouče nevykazovaly žádné viditelné znaky vypocování pryskyřice z vnitřku kotoučů v průběhu procesu ohřívání. Z kotoučů byly odebrány vzorky a byly pozorovány s použitím mikroskopie s polarizovaným světlem. Mikrostrukturu přes celou tloušťku kotouče mohla být charakterizována s použitím této techniky. Opět ani prostřednictvím tohoto mikroskopického pozorování nebyly zjevné žádné známky tavení smoly.

PŘÍKLAD 10

Dva kotouče, které prošly cyklem jednoho procesu CVD a jednoho procesu RTM, oxidační stabilizací a nauhličování,

19.05.03

byly infiltrovány v sekundovém cyklu s využitím RTM. Parametry nastavení formy, teploty a vstřikování byly shodné s parametry podle Příkladu 9 až na to, že naplnění zásobníku bylo 17% v tomto případě. Uvedené dva kotouče měly následující geometrické rozměry: ID 12,37 palce (31,42 cm), OD 19,85 palce (50,42 cm) a tloušťka 1,22 palce (3,10 cm). Výsledky pro tyto dvě součásti jsou uvedeny v Tabulce 5:

TABULKA 5: Výsledky pro injekční vstřikování RTM v sekundovém cyklu

Sériové číslo	Hmotnost před RTM	Hustota před RTM	Hmotnost po RTM	Hustota po RTM
98-928-6	14,16 lb (6422 g)	0,062 lb/in^3 (1,71 g/cm^3)	15,45 lb (7010 g)	0,068 lb/in^3 (1,89 g/cm^3)
98-928-25	14,27 lb (6474 g)	0,061 lb/in^3 (1,70 g/cm^3)	15,75 lb (7145 g)	0,067 lb/in^3 (1,86 g/cm^3)

Při výrobě uhlíkových kompozitů, například při výrobě kotoučových brzd letadel, zahušťovací proces obvykle vyžaduje 3 až 5 infiltračních cyklů s použitím buď CVD nebo infiltrace pryskyřice, což zabere až několik měsíců pro dokončení. Nevýhodou zahušťování využívajícího opakované cykly CVD infiltrace je to, že se pyrolytický uhlík usazuje jako vrstva na površích dostupných otevřených pórů. Během infiltračního cyklu pak mají povrchové póry sklon k uzavření se. Proto jsou kotouče vyjímány z CVD pece a povrchy jsou obrobeny pro otevření vnitřních pórů. Účinnost mezilehlého kroku obrábění se zmenšuje s tím, jak se zvyšuje počet CVD infiltrací.

19.05.03

PŘÍKLAD 11

Jedenáct předlisků z netkaného materiálu bylo zpracováno prostřednictvím jednoho cyklu CVD zahuštění, jednoho cyklu RTM infiltrace a nauhličování, jak bylo popsáno v Příkladu 9, načež následoval další cyklus CVD zahuštění. Hustoty kotoučů před RTM, po nauhličení a po finálním cyklu CVD jsou uvedeny v Tabulce 6:

TABULKA 6

Sériové číslo	Hustota před RTM	Hustota po nauhličování	Hustota po 2. CVD
97-918-413	0,047 lb/in^3 (1,30 g/cm^3)	0,060 lb/in^3 (1,65 g/cm^3)	0,065 lb/in^3 (1,79 g/cm^3)
97-919-413	0,045 lb/in^3 (1,25 g/cm^3)	0,059 lb/in^3 (1,62 g/cm^3)	0,064 lb/in^3 (1,78 g/cm^3)
97-919-414	0,045 lb/in^3 (1,24 g/cm^3)	0,059 lb/in^3 (1,62 g/cm^3)	0,065 lb/in^3 (1,79 g/cm^3)
97-919-415	0,045 lb/in^3 (1,24 g/cm^3)	0,059 lb/in^3 (1,62 g/cm^3)	0,064 lb/in^3 (1,77 g/cm^3)
97-918-701	0,044 lb/in^3 (1,22 g/cm^3)	0,057 lb/in^3 (1,59 g/cm^3)	0,065 lb/in^3 (1,79 g/cm^3)
97-918-901	0,045 lb/in^3 (1,24 g/cm^3)	0,057 lb/in^3 (1,59 g/cm^3)	0,066 lb/in^3 (1,82 g/cm^3)
98-928-20	0,053 lb/in^3 (1,47 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	0,066 lb/in^3 (1,84 g/cm^3)
98-928-21	0,053 lb/in^3 (1,47 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	0,066 lb/in^3 (1,84 g/cm^3)

19.05.03

98-928-22	0,053 lb/in^3 (1,46 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,71 g/cm^3)	0,066 lb/in^3 (1,84 g/cm^3)
98-928-23	0,052 lb/in^3 (1,44 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	0,066 lb/in^3 (1,83 g/cm^3)
98-928-24	0,053 lb/in^3 (1,46 g/cm^3)	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)	0,066 lb/in^3 (1,84 g/cm^3)

Během výroby předlisků z netkaného materiálu, jsou segmenty látky jehlováním spojeny dohromady s použitím tradičních technik pro zpracování textilu. Tento proces jehlování vytváří spíše větší póry přes tloušťku předlisku, 100 až 200 μm široké a několik stovek μm hluboké. Tradičním procesem, používaným pro zahušťování těchto předlisků z netkaného materiálu pro použití pro kotoučové brzdy letadel, je CVD. Každý cyklus CVD usazuje vrstvu pyrolytického uhlíku silnou v rozmezí mezi 2 až 10 μm na površích všech dostupných otevřených pórů. Vlákna uvnitř látkových vrstev jsou velmi těsně u sebe (oddálená 1 až 15 μm) a tyto oblasti se zahušťují velmi účinně během úvodního CVD cyklu. Velké póry, vytvořené jehlováním, se ale nezahušťují účinně. Hustota vláknitého předlisku z netkaného materiálu před zahušťováním je obvykle 0,018 lb/in^3 (0,50 g/cm^3). Údaje, uvedené v Tabulce 7, ilustrují obvyklé hustoty měřené po jednom, dvou, třech a čtyřech cyklech CVD pro kotouče o stejné velikosti, jako kotouče uvedené Tabulce 6.

19.05.03

TABULKA 7

CVD cyklus	Hustota
0	0,018 lb/in^3 (0,50 g/cm^3)
1	0,043 lb/in^3 (1,20 g/cm^3)
2	0,053 lb/in^3 (1,48 g/cm^3)
3	0,060 lb/in^3 (1,66 g/cm^3)
4	0,062 lb/in^3 (1,72 g/cm^3)

Jak je znázorněno v Tabulce 7, zvýšení hustoty se stává menším s každým dalším CVD cyklem. To je způsobeno tím, že oblasti látky se stávají zcela zaplněnými s CVD a větší póry jsou potaženy vrstvami CVD, ale nikdy nejsou zcela vyplněny. RTM proces zcela vyplňuje všechny dostupné otevřené póry s pryskyřicí jako prekursorem uhlíku, včetně velkých pórů vytvořených jehlováním. Když je pryskyřice nauhličována, hustota koksu (nauhličené smoly) se zvětšuje a těkavé látky jsou uvolňovány s odpovídajícími ztrátami hmotnosti (přibližně 85 % výtěžnost uhlíku je ilustrována v Příkladu 9). Zvýšení hustoty a ztráta hmotnosti vedou na celkové snížení objemu, což vytváří vnitřní póry uvnitř součásti. Ačkoliv nauhličená smola nevyplní úplně velké póry vytvořené jehlováním, nesníží celkový objem otevřených pórů při současném vytvoření další vnitřní povrchové plochy pro následné CVD usazování. Jak je ilustrováno údaji v Tabulce 6, znatelně vyšší finální hustoty mohou být dosaženy zahušťováním těchto předlisků z netkaného materiálu prostřednictvím kombinace RTM a CVD oproti zahušťování pouze CVD.

19.05.03

Poté, co jsou předlisky infiltrovány pryskyřicí v podobě mezofázové smoly, mohou být podrobeny následnému zpracování pro přeměnu organické pryskyřice na uhlík, který tvoří část uhlíkové matrice v uhlíkových kompozitních materiálech. Infiltrované kotouče jsou podrobeny procesu obecně označovanému jako oxidační stabilizace. Smola je termoplastická a při ohřevu na teplotu postačující pro nauhličování materiálu se pryskyřice bude opětovně tavit, nadouvat a pěnit. Součásti jsou vloženy do pece s cirkulací vzduchu při teplotě mezi 150 a 240 °C, obvykle 170 °C. Kyslík reaguje se smolou a vytváří křížové vazby v pryskyřici, přičemž ji v podstatě mění na termoset. Tento proces se využívá při výrobě uhlíkových vláken na bázi smoly. Dokončení procesu se měří s ohledem na hmotnostní zisk, protože kyslík reaguje se smolou, je absorbován, čímž zvyšuje celkovou hmotnost. Když je měřen hmotnostní zisk pouze smoly (hmotnost součásti po procesu - hmotnost součásti před procesem), je postačující úroveň hmotnostního zisku 8,5 %. Součásti s OMG (kyslíkový hmotnostní zisk) na úrovních mezi 8 % a 12 % byly úspěšně nauhličeny (stabilizovány).

Po stabilizaci může být součást nauhličována prostřednictvím ohřevu v peci s inertní atmosférou na teplotu nad 650 °C (122 °F). Nauhličování se obvykle provádí při teplotě 900 °C (1652 °F). Po nauhličování může být součást tepelně upravena (grafitována) před dalším zpracováním, ale tento krok není nezbytným požadavkem. Obvyklé teploty tepelné úpravy jsou v rozsahu 1600 až 2500 °C (2912 - 4532 °F), přičemž výhodná je teplota 1800 °C (3272 °F). Součást potom může být dále zahušťována s použitím buď CVD nebo RTM s

vysoce viskózními pryskyřicemi s velkou výtěžností uhlíku, jak bylo ilustrováno v příkladech výše.

Je zcela zřejmé, že předcházející popis a specifická provedení, zde uváděná, jsou pouze ilustrativním příkladem nejlepšího řešení podle předkládaného vynálezu a ilustrací principů tohoto vynálezu, a že pro popisované zařízení a způsob mohou osoby v oboru znalé snadno navrhnout množství modifikací a doplnění, aniž by byla opuštěna podstata či překročen rozsah předkládaného vynálezu. Rozsah vynálezu je tedy omezen pouze obsahem připojených patentových nároků.

Zastupuje :

19.05.03 2003-614

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu, **vyznačující se tím, že** zahrnuje:

prostředek (4) pro tavení a transport pryskyřice nebo smoly;

formu (10) uspořádanou tak, že pryskyřice nebo smola je transportována z prostředku (4) pro tavení a transport do formy (10), přičemž forma (10) obsahuje vystupující prvky (20, 21, 30, 31) pro zajištění tlakového gradientu a toku pryskyřice nebo smoly od vnitřní oblasti formy (10) směrem k vnější oblasti formy (10); a

prostředek (12), umístěný u formy (10), pro podržení formy (10) v průběhu vstřikování pryskyřice nebo smoly do formy (10),

přičemž vystupující prvky (20, 21, 30, 31) zahrnují jedno ze zkosené stěny (30, 31) dutiny (29) formy a dutinu (19) formy s radiálně uloženým výstupkem (20, 21) na vnější oblasti dutiny (19) formy.

2. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu podle nároku 1, **vyznačující se tím, že** dále zahrnuje zásobník (8) umístěný mezi prostředkem (4) pro tavení a transport a formou (10).

3. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu podle nároku 2, **vyznačující se tím, že** zásobník (8) je hydraulicky ovládaným, pístovým zásobníkem (8).

4. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu podle nároku 1, **vyznačující se tím, že** prostředek (4) pro tavení a transport je jedním z vytlačovacího zařízení s jedním šnekem, vytlačovacím zařízením se dvěma šneky, odvětrávaným

vytlačovacím zařízením se dvěma šneky a vytlačovacím zařízením s vratným šnekem.

5. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu podle nároku 1, **vyznačující se tím, že** forma (10) zahrnuje:

horní polovinu (42);

spodní polovinu (41) naproti horní polovině (42) tak, že horní polovina (42) a spodní polovina (41) spolu tvoří dutinu (35) formy;

alespoň jeden vstup (36) umístěný v horní polovině (42) nebo ve spodní polovině (41);

ventil, přičemž tento ventil může vpouštět pryskyřici nebo smolu do vstupu (36) v horní polovině (42) nebo ve spodní polovině (41); a

uspořádání (39, 44) pro jedno z odvětrávání a zajištění vakua ve formě (10).

6. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu podle nároku 1, **vyznačující se tím, že** vystupující prvky (20, 21, 30, 31) jsou tvořeny zkosenými stěnami (30, 31) dutiny (29) formy.

7. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu podle nároku 6, **vyznačující se tím, že** vystupující prvky (20, 21, 30, 31) mají alespoň jeden z odvětrávacího otvoru (38a, 38b, 38c, 38d; 43a, 43b, 43c, 43d) a vakuového vstupu.

8. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu podle nároku 6, **vyznačující se tím, že** forma dále zahrnuje vnější odvětrávací vstup (39, 44) který je kanálky spojen s odvětrávacími otvory (38a, 38b, 38c, 38d; 43a, 43b, 43c, 43d) spojenými s vystupujícími prvky (20, 21, 30, 31).

9. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly, **vyznačující se tím, že** zahrnuje:

uložení porézního předlisku (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56) do formy (10), přičemž předlisek má teplotu nad teplotou tavení pryskyřice nebo smoly, která má být infiltrována do předlisku, a prostředku (12) pro podržení formy, který umožňuje, aby si forma (10) udržela svoje uspořádání;

vstřikování vysoce viskózní, roztavené pryskyřice nebo smoly s vysokou teplotou tavení do formy (10) pro provedení rovnoměrného napuštění předlisku (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56) prostřednictvím tlakového gradientu ve formě (10);

umožnění pryskyřici nebo smole, aby zchladla pod teplotu tavení; a

vyjmutí napuštěného předlisku (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56) z formy (10),

přičemž tlakový gradient je vytvořen

A) dutinou (29) formy (10) se zkosenou stěnou (31) a zkosenou dolní stěnou (30), přičemž zkosení směřuje dovnitř dutiny(29) v oblasti perimetru formy (10 kvytvoření tlakového gradientu nebo

B) výstupky (20, 21) v dutině (29, 19).

10. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** forma (10) zahrnuje:

horní polovinu (42);

spodní polovinu (41) naproti horní polovině (42) tak, že horní polovina (42) a spodní polovina (41) spolu tvoří dutinu (35) formy;

alespoň jeden vstup (36) umístěný v horní polovině (42) nebo ve spodní polovině (41);

ventil, přičemž tento ventil může vpouštět pryskyřici nebo

smolu do vstupu (36); a

uspořádání (39, 44) pro zajištění odvětrávání a/nebo vakua ve formě (10).

11. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** předlisek (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56) je jedním z vláknitého předlisku, předlisku z uhlíkových vláken, předlisku z netkaného materiálu, předlisku s pojivem s náhodným rozložením vláken, ztuženého předlisku a pěnového předlisku.

12. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** předlisek (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56) je porézním uhlíkovým tělesem.

13. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** předlisek (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56) se zahřívá na teplotu mezi přibližně 200 až 425 °C.

14. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** forma (10) se zahřívá na teplotu mezi přibližně 138 až 310 °C.

15. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** pryskyřicí nebo smolou je syntetická smola, smola z uhelného dehtu, ropná smola, mezofázová smola, termosetová pryskyřice s vysokou výtěžností uhlíku nebo jejich kombinace.

16. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** do jedné formy (10) se uloží množství předlisků (47, 48; 55, 56).

17. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** dále zahrnuje:

stabilizování napuštěného předlisku (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56) ohřevem napuštěného předlisku za přítomnosti kyslík obsahujícího plynu na teplotu přibližně 150 až 240 °C.

18. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 17, **vyznačující se tím, že** dále zahrnuje nauhličování oxidačně stabilizovaného, napuštěného předlisku (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56).

19. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 18, **vyznačující se tím, že** dále zahrnuje ohřev na teplotu přibližně 1600 až 2500 °C pro grafitizaci nauhličeného, napuštěného předlisku (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56).

20. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 19, **vyznačující se tím, že** grafitovaný předlisek (1, 18, 28, 47, 48, 55, 56) se dále zahušťuje s použitím buď usazování chemickým odpařováním/infiltrace chemickým odpařováním nebo přetlačováním pryskyřice.

21. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** před vstřikováním roztavené pryskyřice nebo smoly se ve formě (10) vytvoří vakuum.

22. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** forma (10) zahrnuje dutinu (21) mající kuželově zkosenou horní stěnu (31) a kuželově zkosenou spodní stěnu (30), přičemž směr zkosení

horní stěny (31) a spodní stěny (30) je dovnitř do dutiny (29), jak se dutina blíží k obvodu formy (10).

23. Způsob rychlého přetlačování pryskyřice nebo smoly podle nároku 9, **vyznačující se tím, že** forma (10) je jednou z s kuželově zkosenými stěnami (30, 31) dostatečně pro vytvoření tlakového gradientu a s výstupky (20, 21) do dutiny (29, 19) formy pro vytvoření tlakového gradientu.

24. Rychlý přetlačovací lis pro pryskyřici nebo smolu podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že vystupující prvky (20, 21, 30, 3) jsou tvořeny dutinou (19) formy s radiálně uloženým výstupkem (20, 21) na vnější oblasti dutiny (19) formy.

Zastupuje :

19.05.03 2003-614

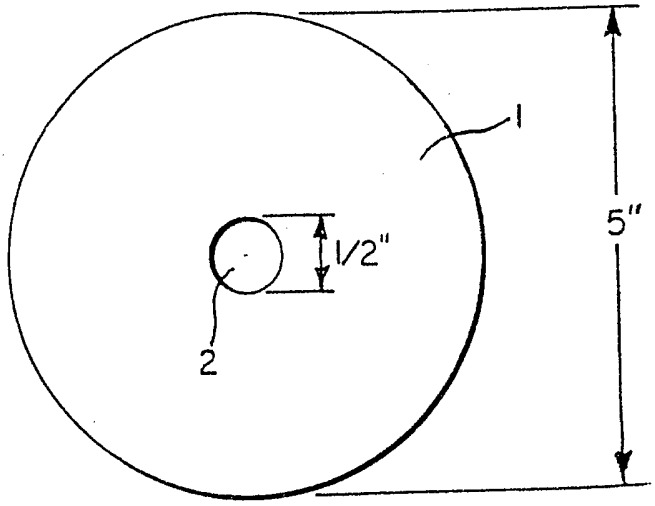


FIG. 1a

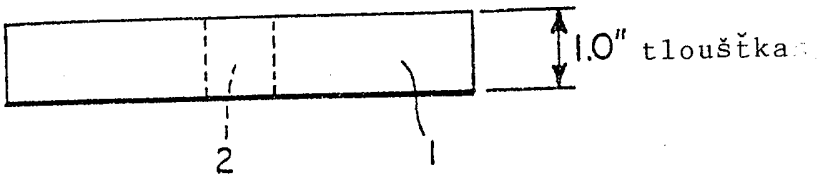


FIG. 1b

19.05.03 2003-614

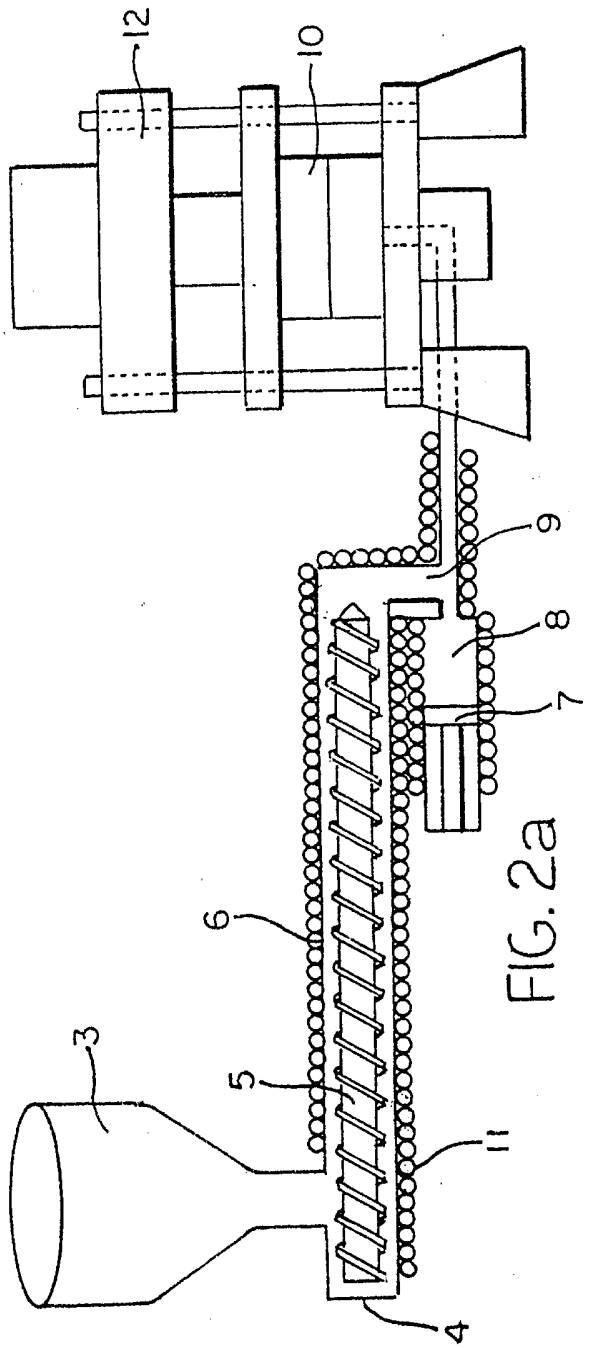


FIG. 2a

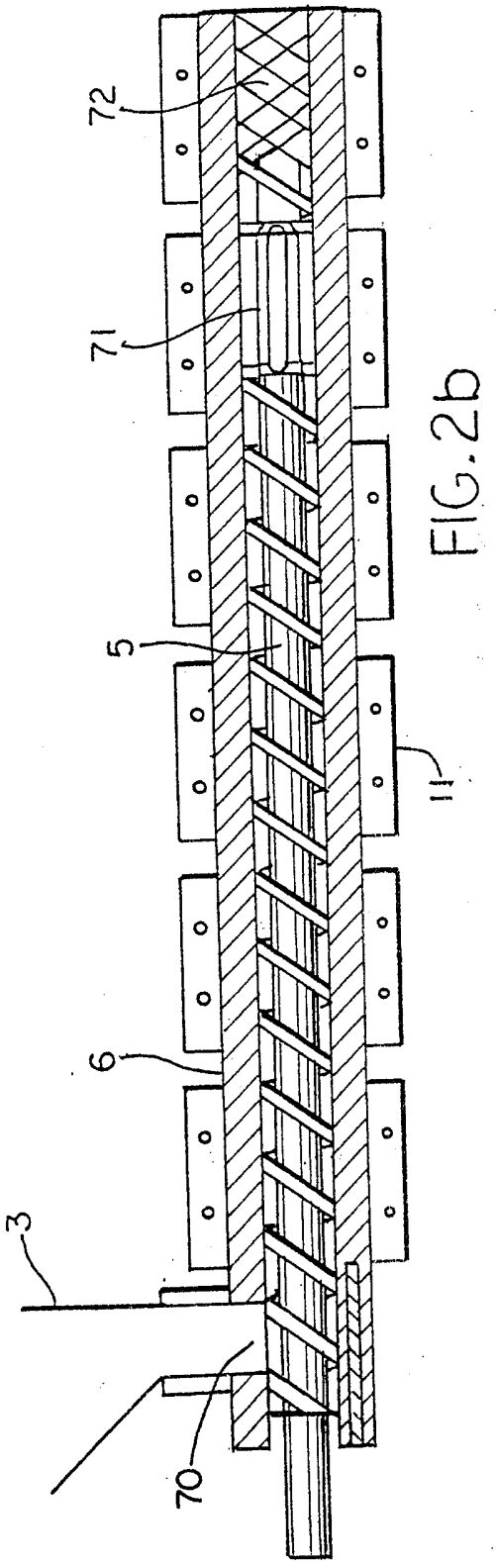


FIG. 2b

19.05.03 2003-614

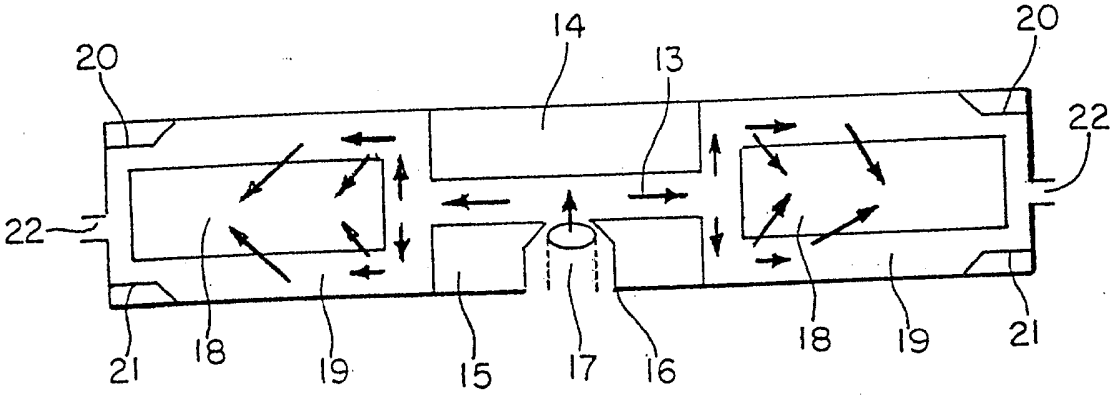


FIG. 3

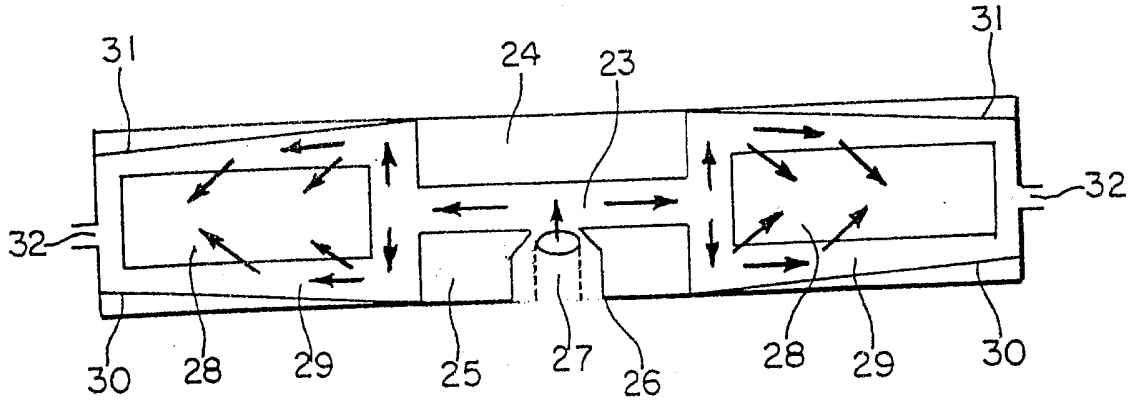


FIG. 4

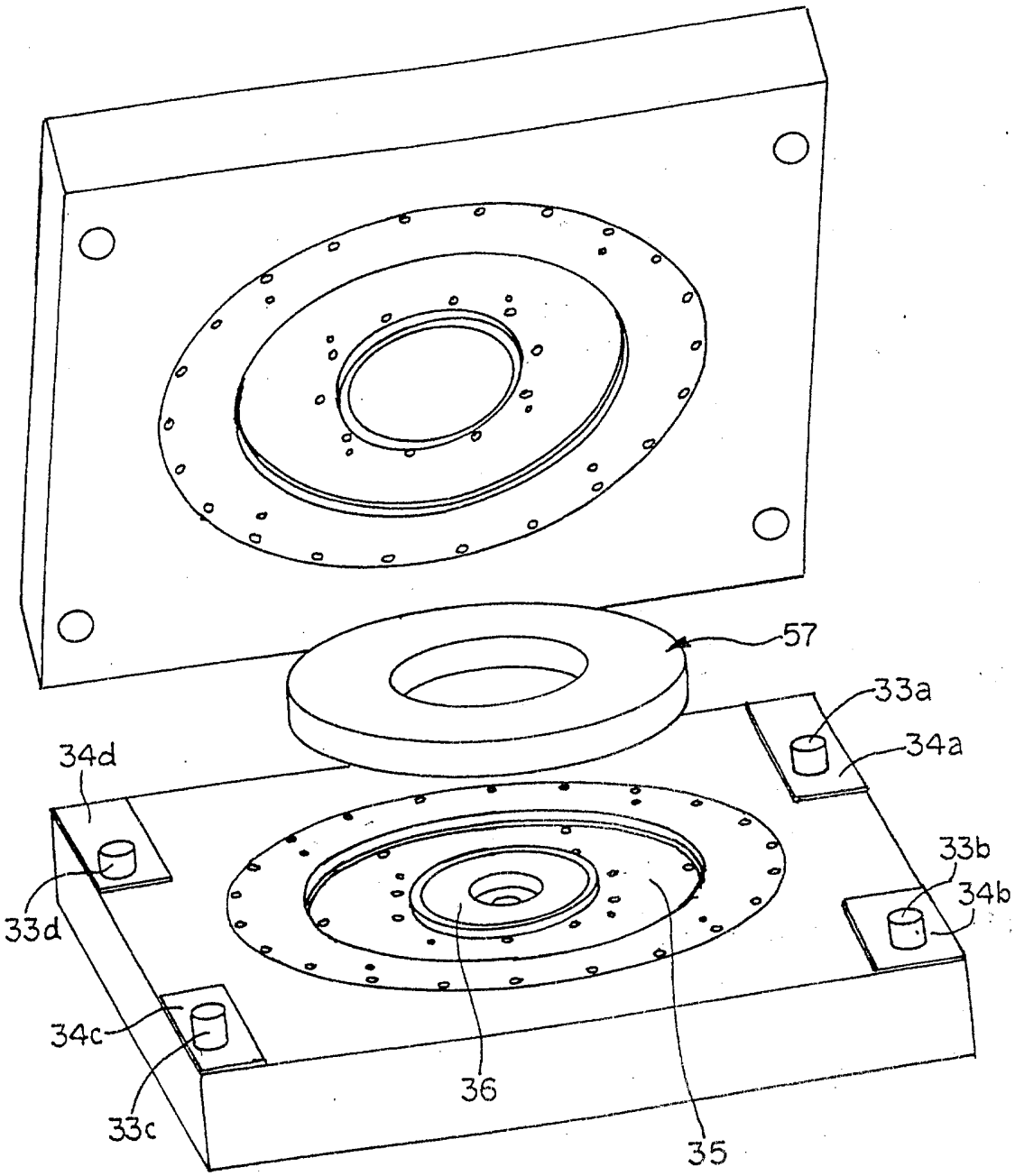


FIG. 5

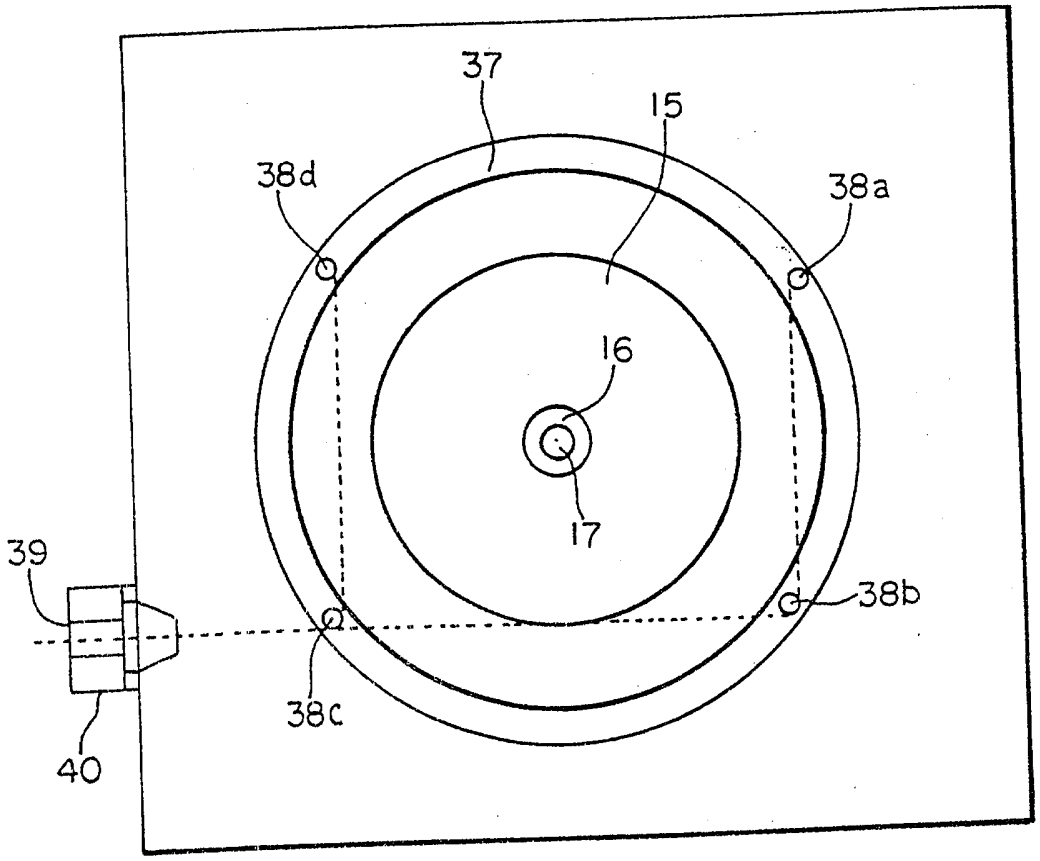


FIG. 6

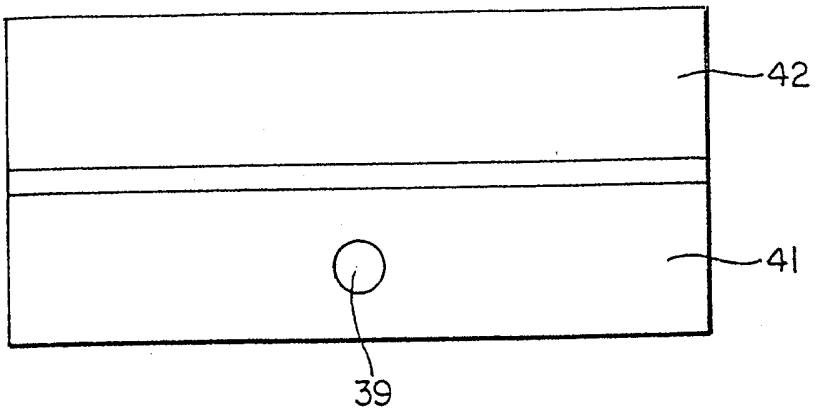


FIG. 7

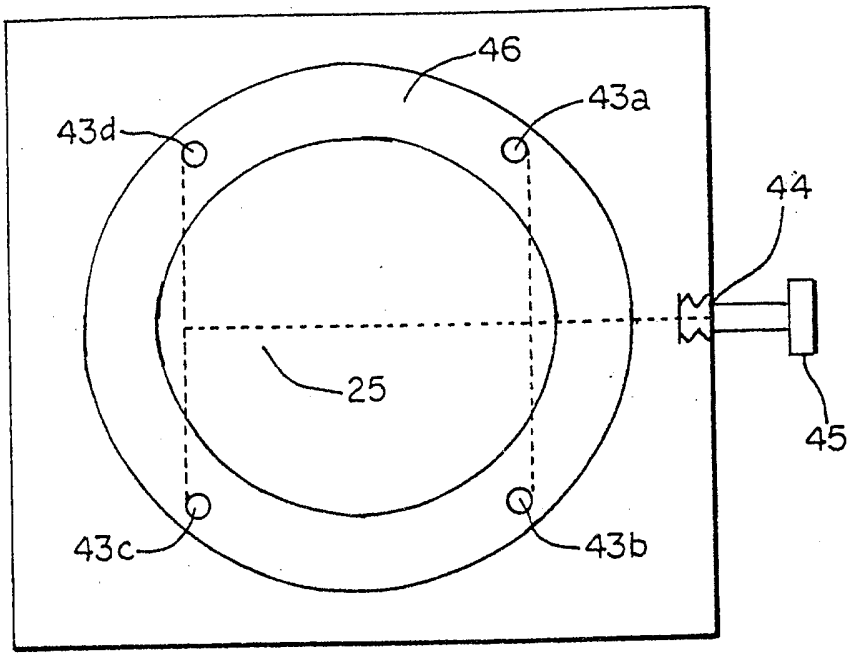


FIG. 8

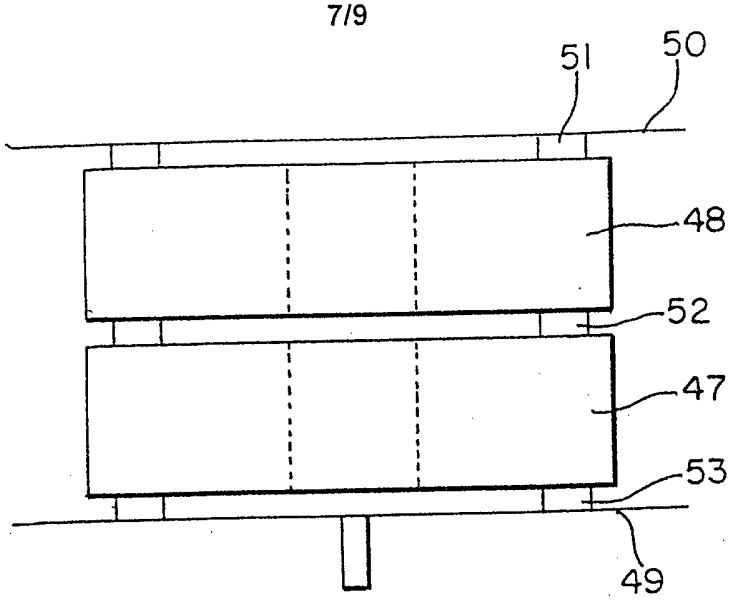


FIG. 9

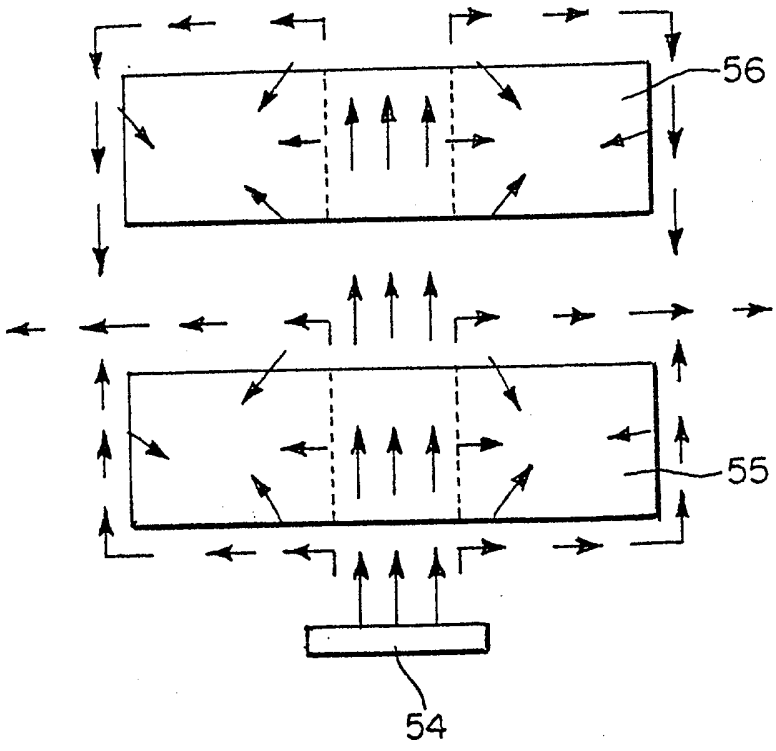


FIG. 10

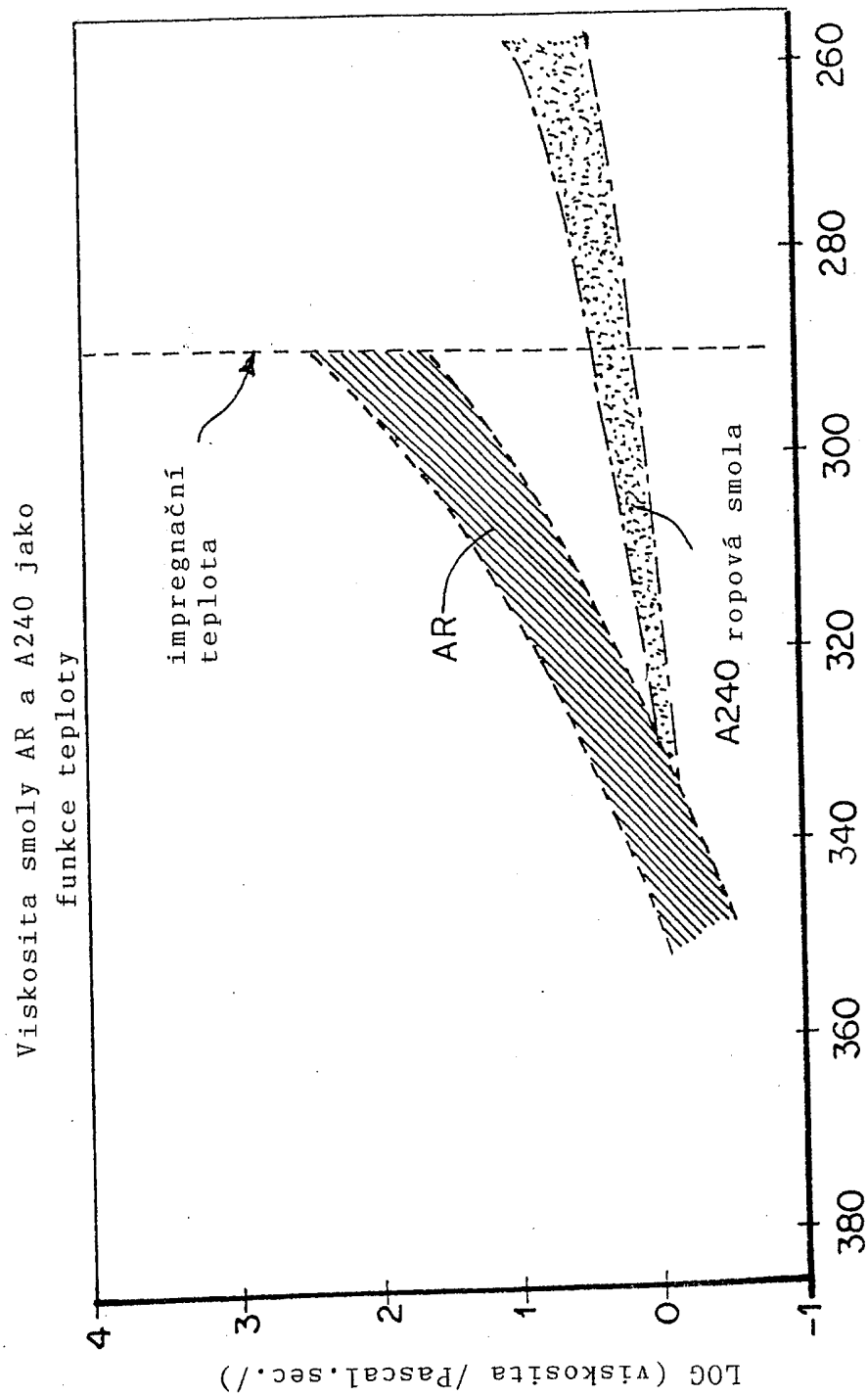
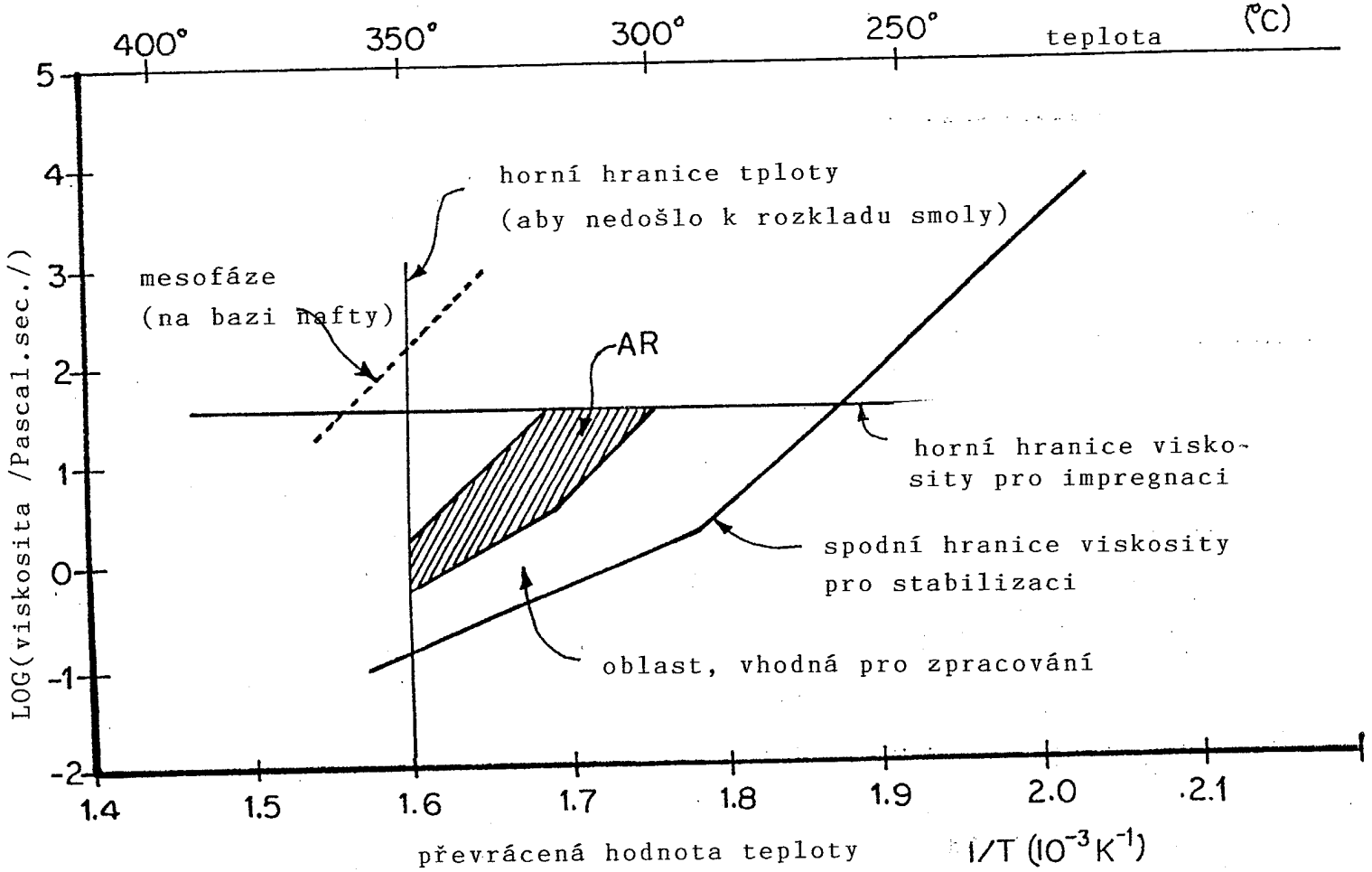

Viskosita smoly AR a A240 jako funkce teploty
impregnační teplota
AR
A240 ropová smola
LOG (viskosita /Pascal.sec./)
4
3
2
1
0
-1
teplota
260
280
300
320
340
360
380
(°C)

FIG. 11



Oblast pro impregnaci smoly jako funkce teploty

FIG. 12

2002-619