Octrooiraad

(10) A **Terinzagelegging** (11) **8200769**

Nederland (19) **NL**

(54) **Werkwijze en inrichting voor het maken van vezels.**

(51) Int.Cl³.: C30B 29/62, C30B 23/08, C30B 23/06.

(71) Aanvrager: John Purnell Glass te Essington, Pennsylvanië, Ver.St.v.Am.

(74) Gem.: Ir. G.H. Boelsma c.s.
Octrooibureau Polak & Charlouis
Laan Copes van Cattenburch 80
2585 GD 's-Gravenhage.

(21) Aanvrage Nr. 8200769.

(22) Ingediend 25 februari 1982.

(32) - -

(33) - -

(31) - -

(62) Afsplitsing van O.A. 6903620 (ingediend 7 maart 1969).

(43) Ter inzage gelegd 1 juli 1982.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Afsplitsing van
no.6903620

Werkwijze en inrichting voor het maken van vezels.

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor het doen groeien van whiskers door middel van kristallisatie door het vormen van een precipitatiezône voor het precipiteren van whiskers uit een damp, het vormen van een zône van optimale oververzadiging van de damp in de precipitatiezône door een temperatuurgradiënt te onderhouden.

Onder bepaalde omstandigheden kunnen vezels z-er grote sterkten hebben, wel 10 x de normale bruto sterkte. Dit doet zich voor, wanneer de vezel bijvoorbeeld vrij van kerven e.a. spanningsscheurtjes is. Om bij vezels zulke hoge sterkten te verkrijgen is het noodzakelijk het kristallijne materiaal te vormen als lange, naald-achtige lineaire kristallen, waarvoor de technische benaming "whisker" is. Tot dusverre is het niet mogelijk geweest aan deze "whiskers" een relatief grote lengte te geven. Dat komt omdat de groei voorwaarden aan de uiteinden niet voldoende lang te handhaven zijn. Ook was het tot dusverre niet mogelijk "whiskers" met voldoende samenhang te vervaardigen.

Er worden in de praktijk wel werkwijzen toegepast welke de neiging hebben de groei aan de einden te beëindigen. Tot dusverre is het niet mogelijk geweest uit damp in een continu proces een slanke lange vezel te vormen met een nagenoeg foutloze kristalstructuur, waardoor de vezel een sterkte bezit, die de zeer hoge theoretische sterkte ervan benadert. Tegenwoordig besteedt men veel werk om de sterkte en de lengte van vezels, gemaakt uit grafiet, aluminiumoxyde en dergelijke te vergroten. Tot dusverre bereikt men ongewone sterkten van deze materialen enkel op laboratoriumschaal. De uitvinding nu beoogt een verbeterde inrichting en werkwijze te verschaffen voor het maken van dergelijke vezels. Het is eveneens een oogmerk van deze uitvinding een inrichting en werkwijze aan te geven, waarmede op economische wijze deze vezels in lange stukken en grote hoeveelheden gemaakt kunnen worden.

Een ander oogmerk van deze uitvinding is een dusdanige inrichting en werkwijze te verschaffen, welke het mogelijk maken de groeiende vezels te verwijderen uit de zône, waar condensatie plaatsvindt in overeenstemming met de groeisnelheid van de vezels, of ter controle van de groeisnelheid van de vezels teneinde deze in overeenstemming te brengen met de snelheid, waarmede zij worden verwijderd.

Andere oogmerken en voordelen van de onderhavige uitvinding zullen hieronder aan de hand van de bijgaande tekeningen nader worden toegelicht.

De figuur geeft een schematisch aanzicht van een uitvoeringsvorm

van de uitvinding.

In de figuur wordt een inrichting getoond voor het doen groeien van de "whiskers" door middel van kristallisatie met behulp van een werkwijze, welke gekenmerkt wordt door het vormen van een precipitatiezone voor het precipiteren van "whiskers' uit een damp, het vormen van een zone van optimale oververzadiging van de damp in de precipitatiezone door een temperatuurgradiënt te onderhouden, waarbij een damp van "whisker" producerend materiaal door de precipitatiezone stroomt en "whiskers" in de optimale oververzadigingszone worden geprecipiteerd. De werkwijze wordt voorts gekenmerkt door het inbrengen van kernen in de precipitatiezone om de precipitatie te bevorderen; en de "whiskers" worden geprecipiteerd door het inbrengen van deeltjes van een materiaal, dat vrij elektronen emitteert door thermische excitatie in een damp van "whisker"producerend materiaal. De "whiskers" kunnen elektronen uitzenden en elektrisch positief geladen zijn met betrekking tot de dampmoleculen. De werkwijze kan voorts hierin bestaan, dat elektronen door damp van "whisker"producerend materiaal geleid worden voor het vormen van kernen ter bevordering van de kristallisatie, waarbij elektronen door een damp geschoten worden onder vorming van een elektronen spoor, en dampionen langs het spoor gecondenseerd worden onder vorming van een vezel; terwijl een elektrische ontlading geëmitteerd wordt uit een punt in een precipitatiezone om bij de kristallisatie van vezels te helpen.

Thans overgaande tot een beschrijving van de in de figuur geïllustreerde specifieke uitvoeringsvoorbeelden van de uitvinding, wordt daarin een verhitte kamer 111 getoond, voorzien van een mengkamer 112, welke boven een verhitte vertikale cilinder 113 is aangebracht. Een precipitatiezone 114 is in de cilinder 113 gevormd en de temperatuur in de precipitatiezone 114 is heter aan de top en koeler aan de bodem, aangezien een temperatuurgradiënt in precipitatiezone 114 wordt onderhouden door verhittingsmiddelen 115, welke langs cilinder 113 zijn opgesteld.

De "whisker" vormende damp wordt gemengd in een turbulente mengzone 116 in kamer 112 en het te mengen materiaal wordt in kamer 112 gebracht door straalmondstukken 117-120, welke verbonden zijn met ingrediënthouders 123-126 door leidingen 127-130 teneinde de stroom van daardoorheen lopende ingrediënten te regelen.

Een elektronenkanon 137, bijvoorbeeld een radioactief kobaltkanon, is onder cilinder 113 geplaatst en ingericht om elektronen in de damp in precipitatiezone 114 te ontladen.

Een collector 138 is onder cilinder 113 geplaatst om de in precipitatiezone 114 gevormde "whiskers" op te vangen.

In bedrijf worden ingrediënten A, B, C en D geleid vanuit de ingrediëntenhouders 123-125 door meetkleppen 133-136 en leidingen 127-130 en worden door straalmondstukken 117-120 in de turbulente mengzone 116 van kamer 112 gespoten, waar de ingrediënten door en door met elkaar gemengd worden. Vervolgens voert men het mengsel omlaag in een verhitte vertikale cilinder 113 en precipitatiezone 114. Een gradiëntverbindingsorgaan 115 verschaft een temperatuurgradiënt in de precipitatiezone 114 en vormt een optimale oververzadigingszone 142 ergens binnen de precipitatiezone 114.

Opgemerkt wordt, dat de optimum zone 142 geschapen wordt in de precipitatiezone 114 zonder een nauwkeurige regeling van de temperatuur, de druk en oververzadigingsomstandigheden in een geselecteerde ruimte. De damp zelf vindt de optimumzone 142 doordat zij een zone passeert, waarin de omstandigheden boven het optimum liggen, vervolgens de optimumzone 142 en daarna een zone passeert, waarin de omstandigheden beneden het optimum liggen.

De "whiskers", welke gevormd worden en groeien in de optimumoververzadigingszone 142 worden verzameld in collector 138.

Om de groei van de "whiskers" te bevorderen kunnen kernen worden geïntroduceerd in de precipitatiezone 114. In een uitvoeringsvorm van de uitvinding kunnen de kernen deeltjes bevatten, welke vrije elektronen uitzenden onder thermische excitatie. Deze worden opgeslagen in houders 123 in de turbulente mengzone 16 geleid via buis 127. Deze deeltjes kunnen oxyden zijn van barium, strontium of calcium, welke bij verhitting zeer gemakkelijk elektronen vrijmaken. Dergelijke elektronenuitzendende deeltjes kunnen in de turbulente mengzone 116 worden ingeleid in de vorm van carbonaten. In de precipitatiezone 114 gevormde "whiskers" stralen elektronen uit en worden elektrisch positief geladen ten opzichte van de dampmoleculen. Dientengevolge worden de dampmoleculen elektrisch aangetrokken door de "whiskers", hetgeen de "whisker"-groei bevordert.

Een functie van de elektronen-uitzendende deeltjes, zoals de deeltjes van barium, strontium en calciumoxyde, is het ontladen van enige ophoping van lading op een "whisker", omdat een geladen "whisker" zijn eigen groei kan beletten. Zo zou in een veld met negatief geladen dampdeeltjes, indien zich een negatieve lading aan het einde van een "whisker" zou accumuleren, dit de eigen groei ervan kunnen beletten door de afstotende kracht van de negatief geladen dampdeeltjes. De hypothese hier is dat praktisch alle vrij zwevende lichamen op de een of andere wijze geladen zullen worden, in het bijzonder lichamen in een gas. Als eenmaal deze lichamen op de verkeerde wijze worden geladen, waardoor ze eerder

afgestoten dan aangetrokken worden, kunnen ze niet in de vorm van vezels groeien wegens de hoge gradi"ent aan het vezeluiteinde, dat de groei aan het uiteinde belet. Anderzijds als een groeiende "whisker" in gunstige zin wordt geladen, waardoor de "whisker"deeltjes eerder door de damp worden aangetrokken dan afgestoten, wordt de groei aan het uiteinde bevordert, d.w.z. wordt de lineaire groei van de vezel bevorderd.

In een andere uitvoeringsvorm van de uitvinding kunnen geschikte en conventionele kernen afkomstig uit mengkamer 112 in de cilinder 113 worden ingeleid, en kunnen deeltjes, welke vrije elektronen uitzenden, bij thermische excitatie, worden toegevoegd als verontreiniging ter bevordering van de kernvorming en "whisker"-groei. Een "whisker"producerende damp wordt in cilinder 113 geleid en deze damp bevat ionen, welke positief geladen zijn en ionen welke negatief geladen zijn. Deze ionen worden naar het uiteinde van de "whisker" aangetrokken en condenseren hierop en bouwen een elektrische lading op, welke ionen van tegengestelde lading aantrekt en ionen van gelijke lading afstoot. Aldus neutraliseert de op het "whisker uiteinde opgebouwde lading zichzelf door ionen aan te trekken van tegengestelde lading. De lading aan het vezeluiteinde laadt en ontlaadt zich herhaaldelijk.

In een andere uitvoeringsvorm van de uitvinding wordt een damp van "whisker" producerend materiaal uit mengkamer 112 geleid in de verhitte vertikale cilinder 113, en worden elektronen uit elektronenkanon 137 gebracht in de damp ter verschaffing van kernen voor het animeren van het kristallisatieproces. Een voldoend aantal uit het elektronenkanon 137 afkomstige elektronen worden in de optimum oververzadigingszone 142 gebracht, zodat een overvloedige hoeveelheid elektronen in de zone 142 beschikbaar zijn; terwijl de elektronen op heftige wijze door het gas schieten laten zij in het voorbijgaan een spoor achter, dat gunstig is voor het vormen van een lange "whisker". Het vermoeden bestaat, dat de door het gas schietende elektronen in feite tegen alle ionen in het gas stoten, waardoor deze een kleine naar elkaar gerichte stoot krijgen. Hierdoor wordt aan de ionen een geringe snelheid meegedeeld, zodat zij zich naar een baan toe verzamelen en condenseren. Met andere woorden: de ionen condenseren langs een elektronenspoor en de vezel vormt zich langs het spoor.

Samenvattende verschaft de uitvinding in stede van te trachten nauwkeurige oververzadigingsvoorwaarden te onderhouden, een optimum oververzadigingszone 142, welke zich ergens in cilinder 113 bevindt, waarbij de "whiskers"producerende damp door cilinder 113 passeert, zodat deze via optimumzone 142 moet passeren en verschaft een overvloedige hoe-

veelheid kernen aan de optimumzone 142 en eveneens aan de zones gelegen onder het voor en na de optimumzone 142 om te zorgen, dat de "whiskers" zich vormen en groeien zonder dat er de noodzaak bestaat van een nauwkeurige regeling.

Door de aanwezigheid van overvloedige hoeveelheden kernen, die in de optimumzone 142 ingebracht zijn geven de "whiskers" er de voorkeur aan zich liever in die zone te vormen, dan in de volgende zone, welke oververzadigd kunnen zijn, zodat de "whiskers", welke geproduceerd zijn in de volgende zone "whiskers" zouden vormen, welke te dik zijn of andere ongewenste eigenschappen hebben.

Het vermoeden bestaat, dat bij de vorming en groei van de "whiskers" een elektrische gradiënt betrokken is. Een lage spanning, welke in werkelijkheid een zeer hoge gradiënt aan het einde van de "whisker" is, start kernvorming.

In de uitvoeringsvorm van de uitvinding, waarbij een elektronenbundel de gasmoleculen treft, bestaat het vermoeden, dat deze actie alleen al de juiste voorwaarden schept voor een zeer hoge temperatuur en oververzadiging, welke de "whisker"groei start. Met andere woorden: de het gasmolecule treffende elektronenbundel schept de temperatuur en oververzadigingszone overal in de cilinder 113. Dienovereenkomstig behoeft een optimumtemperatuur en oververzadigingszone niet te worden gecreëerd in een geselecteerde ruimte en zorgvuldig geregeld te worden.

In een andere uitvoeringsvorm van de uitvinding wordt een elektrisch ontladingspunt 143 in de cilinder 113 geplaatst in de precipitatiezone 114 in de baan van de gasstroom uit mengkamer 112. Een elektrische ontlading vanuit punt 143 bevordert de kristallisatie van de vezels.

De werkwijze en inrichting volgens de uitvinding zijn geschikt om "whiskers" te doen groeien uit aluminiumoxydedamp en uit grafiet, barium, saffier, enzovoort, door kristallisatie vanuit een dampfase.

--- ++ ---

C O N C L U S I E S

1. Werkwijze voor het doen groeien van "whiskers" door middel van kristallisatie door het vormen van een precipitatiezone voor het precipiteren van "whiskers" uit een damp, het vormen van een zone van optimale oververzadiging van de damp in de precipitatiezone door een temperatuurgradiënt te onderhouden, waarbij een damp van "whisker"producerend materiaal door de precipitatiezone stroomt en "whiskers" in de optimale oververzadigingszone worden geprecipiteerd.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, gekenmerkt door het inbrengen van kernen in de precipitatiezone om de precipitatie te bevorderen.

3. Werkwijze voor het doen groeien van "whiskers" door kristallisatie uit damp, met het kenmerk, dat een damp van "whisker"producerend materiaal gevormd wordt en deeltjes in de damp gebracht worden voor het precipiteren van "whiskers".

4. Werkwijze volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat elektronen door de deeltjes vrij worden uitgezonden, waarbij de deeltjes kunnen gevormd worden uit oxyden van barium, strontium of calcium.

5. Werkwijze volgens conclusie 4, met het kenmerk, dat de deeltjes in de damp geleid worden in de vorm van carbonaten.

6. Werkwijze volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat de "whiskers" elektronen kunnen uitzenden en elektrisch positief geladen zijn met betrekking tot de dampmoleculen.

7. Werkwijze volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat de deeltjes elektronen zijn, welke kristallisatie-animerende kernen vormen.

8. Werkwijze volgens conclusie 7, met het kenmerk, dat een precipitatiezone van de damp verwekt wordt, waarin een optimumoververzadigingszone gevormd wordt en de elektronen in de precipitatiezone gebracht worden, zodat een overvloedige hoeveelheid elektronen beschikbaar zijn in de optimumoververzadigingszone ter verschaffing van kernen voor het animeren van de kristallisatie in de zone.

9. Werkwijze volgens conclusie 7, met het kenmerk, dat elektronen door een damp geschoten worden onder vorming van een elektronenspoor, en dampionen langs het spoor gecondenseerd worden onder vorming van een vezel.

10. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk,dat de damp gevormd wordt door het mengen van materialen A,B, C en D in een turbulente mengzone.

11. Werkwijze volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat de damp

positief elektrisch geladen ionen bevat, en andere negatief elektrisch geladen ionen.

12. Werkwijze volgens conclusie 13, met het kenmerk, dat vezels gevormd worden met een groeiend uiteinde, waarbij dit uiteinde herhaaldelijk elektrisch geladen en ontladen wordt.

13. Werkwijze volgens conclusie 3, met het kenmerk, dat een elektrische ontlading geëmitteerd wordt uit een punt in een precipitatiezone om bij de kristallisatie van vezels te helpen.

14. Inrichting voor het doen groeien van "whiskers" door kristallisatie uit damp, gekenmerkt door een verhitte kamer, een daarin geplaatste turbulente mengkamer, middelen voor het inleiden van ingrediënten in de mengkamer ter vorming van een damp van "whisker"producerend materiaal, een onder de mengkamer geplaatste verhitte cilinder voor het opnemen van de damp en middelen voor het handhaven van een temperatuurgradiënt in de cilinder ter vorming van een optimum oververzadigingszone ergens in de cilinder voor het precipiteren van "whiskers" in de optimum zone.

15. Inrichting volgens conclusie 14, gekenmerkt door middelen voor het introduceren van overvloedige hoeveelheden kernen in de cilinder voor het bevorderen van het precipiteren van de precipitatie.

16. Inrichting voor het doen groeien van "whiskers" door kristallisatie uit damp, gekenmerkt door middelen voor het vormen van een damp van "whisker"producerend materiaal en middelen voor het introduceren van deeltjes in de damp voor het inladen van de kristallisatie.

17. Inrichting volgens conlusie 16, met het kenmerk, dat de deeltjes introducerende middelen gevormd worden door middelen voor het introduceren van elektronen in de damp.

18. Inrichting volgens conclusie 17, met het kenmerk, dat de elektronenintroducerende middelen gevormd worden door een radio-actief kobaltkanon.

--- ++ ---

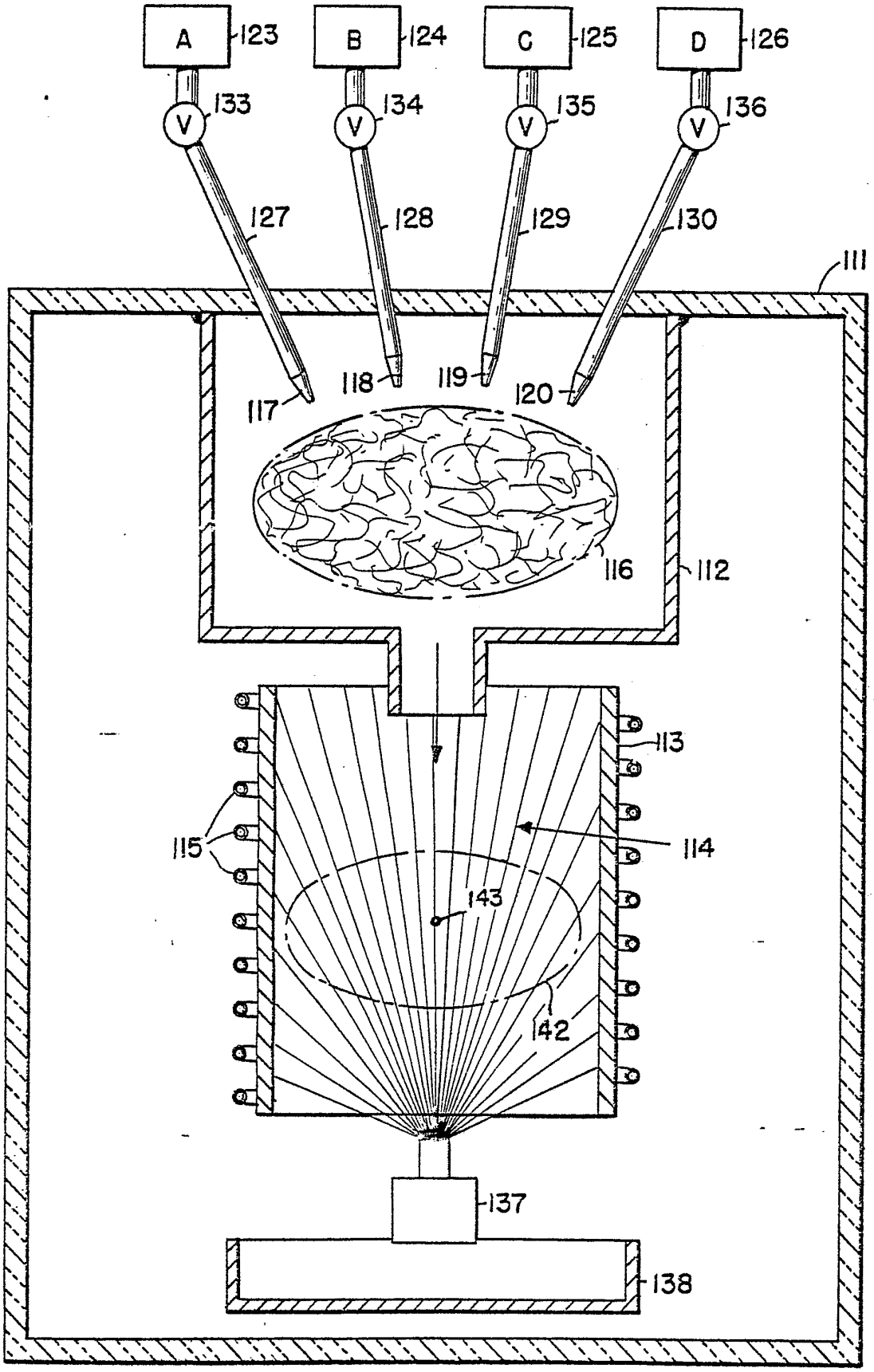


FIG. 4

8200769