



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 84 11 27 (P. 250638)

Int. Cl.⁴ G01N 29/00//
D01F 9/14

Pierwszeństwo _____

**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Zgłoszenie ogłoszono: 86 06 03

Opis patentowy opublikowano: 88 03 30

Twórcy wynalazku: Roman Pampuch, Jan Piekarczyk, Stanisław Błażewicz,
Marta Błażewicz

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

Sposób kontroli stopnia utlenienia włókien organicznych przeznaczonych do otrzymywania włókien węglowych i grafitowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób kontroli stopnia utlenienia włókien organicznych przeznaczonych do otrzymywania włókien węglowych i grafitowych.

Proces wytwarzania włókien węglowych polega na termicznej obróbce włókien organicznych takich jak włókna poliakrylowe, celulozowe i włókna z paku do temperatury 1000–1500°C w atmosferze obojętnej lub redukcyjnej.

W trakcie takiej obróbki włókna organiczne ulegają rozkładowi z wydzieleniem wielu ciekłych i lotnych związków, które są odprowadzane ze strefy reakcyjnej na zewnątrz.

Stała pozostałość po takiej obróbce termicznej stanowi szkielet węglowy, którego forma odpowiada pierwotnej formie prekursora i jest to włókno węglowe. Włókno węglowe może zostać zgrafityzowane do temperatury 2500–3000°C w celu poprawy modułu Younga.

Zanim organiczny prekursor włóknisty zostanie poddany opisanej obróbce termicznej, wstępnie poddaje się go procesowi utleniania w tlenie lub powietrzu w celu wytworzenia odpowiednio usieciowanej struktury dla dalszej obróbki termicznej. Warunki procesu utleniania wywierają zasadniczy wpływ na właściwości mechaniczne otrzymanych włókien węglowych. W procesie ciągłej produkcji włókien węglowych jednym z podstawowych zagadnień jest kontrolowanie właściwego stopnia utlenienia włókien organicznych. Parametry technologiczne takie jak czas i temperatura procesu utleniania wpływają na strukturę wstępnie utlenionego włókna organicznego. Przypadkowe zmiany optymalnych parametrów utleniania powodują obniżenie właściwości mechanicznych włókien po procesie karbonizacji.

Znane sposoby kontroli właściwego stopnia utleniania włókien organicznych polegają na pobraniu próbek materiału po procesie utleniania i badaniu ich struktury za pomocą spektroskopii w podczerwieni, metody rentgenograficznej, metody EPR lub drogą pomiaru gęstości. Metody te są jednak pracochłonne, a zasadniczą ich wadą jest, że nie pozwalają na prowadzenie kontroli w sposób ciągły.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu ciągłej kontroli stopnia utlenienia włókien organicznych, umożliwiającego prowadzenie kontroli w sposób nie niszczący.

Sposób według wynalazku polega na tym, że określa się prędkość przejścia fali ultradźwiękowej przez wiązkę utlenionych włókien i porównuje się z krzywą wzorcową zależności własności mechanicznych od prędkości rozchodzenia się fali ultradźwiękowej dla danego rodzaju włókien organicznych.

Prędkość przejścia fali ultradźwiękowej określa się ze stosunku odległości między dwoma przetwornikami ultradźwiękowymi do czasu przejścia fali.

Czas przejścia fali ultradźwiękowej zmienia się ze zmianą struktury utlenianego włókna. Zmiana parametrów utleniania zmienia czas przejścia fali ultradźwiękowej w kontrolowanym włóknie.

Sposób według wynalazku nadaje się do stosowania w ciągłym procesie produkcji włókien węglowych.

Przykład I. Utleniany jest poliakrylonitrylowy rowing o następujących właściwościach:

— ilość włókien elementarnych w wiązce	1200
— średnica włókna elementarnego	$13,6 \pm 1,5 \mu\text{m}$
— wytrzymałość włókna elementarnego	0,5 GPa
— moduł Younga	7,7 GPa
— prędkość przejścia fali ultradźwiękowej mierzona ze stosunku odległości między dwoma przetwornikami ultradźwiękowymi do czasu przejścia wynosi	$3987 \pm 58 \text{ m/sek}$
— przetworniki ultradźwiękowe o częstotliwości drgań	1 MHz

Utlenianie prowadzi się w atmosferze powietrza w temperaturze 210°C w czasie 7 h.

Po procesie utleniania prędkość przejścia fali ultradźwiękowej wynosi — $3467 \pm 57 \text{ m/sek}$.

Utleniony rowing poddawany jest następnie procesowi karbonizacji. Po procesie karbonizacji otrzymane włókna węglowe charakteryzują się następującymi właściwościami mechanicznymi:

— wytrzymałość na zerwanie	2 GPa
— moduł Younga	180 GPa

Przykład II. Utleniany jest poliakrylonitrylowy rowing o właściwościach podanych jak w przykładzie I.

Utlenianie prowadzi się w atmosferze powietrza w temperaturze 210°C w czasie 3 h.

Przetworniki ultradźwiękowe o częstotliwości drgań 1 MHz. Po procesie utleniania prędkość przejścia fali ultradźwiękowej wynosi — $3284 \pm 54 \text{ m/sek}$. Utleniony rowing poddawany jest następnie procesowi karbonizacji.

Po procesie karbonizacji otrzymane włókna węglowe charakteryzują się następującymi właściwościami mechanicznymi:

— wytrzymałość na zerwanie	1,2 GPa
— moduł Younga	150 GPa

Zastrzeżenie patentowe

Sposób kontroli stopnia utlenienia włókien organicznych przeznaczonych do otrzymywania włókien węglowych i grafitowych, **znamienny** tym, że określa się prędkość przejścia fali ultradźwiękowej przez wiązkę utlenionych włókien i porównuje się z krzywą wzorcową zależności własności mechanicznych od prędkości rozchodzenia się fali ultradźwiękowej dla danego rodzaju włókien organicznych.