



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Int. Cl.³ D01F 9/22

Zgłoszono: 12.07.80 (P. 225615)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 07.08.81

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1983

Twórcy wynalazku: Roman Pampuch, Stanisław Błażewicz, Jan Chłopek,
Augustyn Powroznik

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

Sposób zwęglania włókien poliakrylonitrylowych

Przedmiotem wynalazku jest sposób zwęglania włókien poliakrylonitrylowych.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 98 325 sposób zwęglania włókien poliakrylonitrylowych polega na tym, że włókna poddaje się obróbce termicznej w atmosferze ochronnej w urządzeniu pracującym w sposób okresowy lub ciągły i polega na wstępnym ich utlenianiu w atmosferze powietrza, tlenu bądź pary wodnej w temperaturach do 573 K i następnym zwęglaniu w atmosferze gazu obojętnego w temperaturach do 1273 K, 1773 K lub 2773 K.

Niedogodnością opisanych sposobów jest długi czas zarówno procesu utleniania jak i etapu zwęglania, a w efekcie mała wydajność całego procesu.

Istota sposobu, według wynalazku, polega na tym, że utlenione włókna węglowe poddaje się zwęglaniu najpierw w atmosferze gazu obojętnego z dodatkiem par bromku w ilości 0,3–0,6% objętościach przez okres 10–50 minut, a dalsze zwęglanie prowadzi się w znany sposób. Zwęglanie włókien w obecności par bromku baru powoduje częściowe usunięcie w nich mikronaprężeń powstających w czasie obróbki cieplnej. Ponadto ułatwia orientację grafitopodobnych struktur pierścieniowych a także ułatwia odwodornienie polimeru. W konsekwencji powoduje to osiągnięcie optymalnych wartości własności mechanicznych włókien w czasie o około 50% krótszym niż w przypadku włókien zwęglanych bez udziału bromku baru. Sposób, według wynalazku, ma zastosowanie zarówno w okresowym jak i w ciągłym sposobie wytwarzania włókien węglowych.

Przykład I. Włókna poliakrylonitrylowe utlenione w temperaturze 493 K przez okres 5 godzin umieszcza się w komorze pieca, przepłukiwanej mieszaniną argonu i par bromku baru w ilości 0,015 m³/h i udziale objętościowym par bromku baru wynoszących 0,6%, w temperaturze 573 K oraz przetrzymuje w tych warunkach przez 15 minut. Następnie wyłącza się dopływ par bromku baru i podnosi stopniowo temperaturę do 1273 K przez okres 10 godzin. Po osiągnięciu tej temperatury układ studzi się do temperatury pokojowej. Otrzymane w ten sposób włókna węglowe mają własności mechaniczne takie same jak włókna węglowe uzyskane przez zwęglanie bez obecności par bromku baru, przy czym poprzednio potrzeba było na to 20 godzin.

Przykład II. Włókna poliakrylonitrylowe utlenione w temperaturze 493 K przez okres 5 godzin umieszcza się w komorze pieca, przepłukiwanej mieszaniną argonu i par bromku baru w

ilości $0,05 \text{ m}^3/\text{h}$ i udziale objętościowym par bromku baru $0,3\%$, w temperaturze 575 K oraz przetrzymuje w tych warunkach około 50 minut. Następnie wyłącza się dopływ par bromku baru i podnosi stopniowo temperaturę układu do 1273 K przez okres 10 godzin. Po osiągnięciu tej temperatury układ studzi się do temperatury pokojowej. Otrzymane w ten sposób włókna węglowe mają własności mechaniczne takie same jak włókna węglowe uzyskane przez zwęglanie bez obecności par bromku baru, przy czym poprzednio potrzeba było na to 20 godzin.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób zwęglania włókien polakrylonitrylowych polegający na utlenianiu włókien a następnie zwęglaniu w atmosferze gazu obojętnego, **znamienny tym**, że utlenione włókna węglowe poddaje się zwęglaniu najpierw w atmosferze gazu obojętnego z dodatkiem par bromku baru w ilości $0,3\text{--}0,6\%$ objętościowych przez okres 10–50 minut, a dalsze zwęglanie prowadzi się w znany sposób.