



(51) МПК  
*D01F 9/16* (2006.01)  
*D01F 11/02* (2006.01)  
*D01F 9/12* (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2011142451/05, 21.10.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 21.10.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.10.2011

(45) Опубликовано: 20.02.2013 Бюл. № 5

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
 поиске: RU 2016146 C1, 15.07.1994. US 4197282 A,  
 08.04.1980. WO 2010075952 A1, 08.07.2010. RU  
 2000360 C, 07.09.1993. GB 895479 A,  
 02.05.1962. US 3235323 A, 15.02.1966.

Адрес для переписки:

215100, Смоленская обл., г. Вязьма, ул.  
 Ленина, 79б, кв.112, С.М. Морозову

(72) Автор(ы):

**Клименко Александр Андреевич (RU),  
 Морозов Сергей Михайлович (RU),  
 Филиппова Любовь Ивановна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Клименко Александр Андреевич (RU),  
 Морозов Сергей Михайлович (RU),  
 Филиппова Любовь Ивановна (RU)**

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНИСТОГО МАТЕРИАЛА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к технологии получения углеродного волокнистого материала и может быть использовано в качестве материала для высокотемпературной изоляции, нагревателей, токопроводящих элементов, наполнителей пластмасс, армирующих элементов, изделий медицинского назначения, защитных, сорбционных и других материалов. Способ получения включает пропитку исходного целлюлозного волокна водным раствором, содержащим 6,5% гидроортофосфата аммония, 10,6% хлорида

аммония, 2,5% хлорида натрия при 30°C в течение 30 минут с последующим отжимом. Затем с применением источника СВЧ сушат при 95±5°C и термообработывают в среде метана до 220°C. Частично карбонизованный материал нагревают в среде азота до 2400°C. Используют источник энергии сверхвысоких частот с выходной мощностью от 1 до 50 кВт и с рабочей частотой 100-300 МГц. Изобретение повышает эффективность способа получения углеродного волокна с повышенным уровнем прочности. 2 пр.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*D01F 9/16* (2006.01)  
*D01F 11/02* (2006.01)  
*D01F 9/12* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2011142451/05, 21.10.2011

(24) Effective date for property rights:  
21.10.2011

Priority:

(22) Date of filing: 21.10.2011

(45) Date of publication: 20.02.2013 Bull. 5

Mail address:

215100, Smolenskaja obl., g. Vjaz'ma, ul. Lenina,  
79b, kv.112, S.M. Morozovu

(72) Inventor(s):

**Klimenko Aleksandr Andreevich (RU),  
Morozov Sergej Mikhajlovich (RU),  
Filippova Ljubov' Ivanovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Klimenko Aleksandr Andreevich (RU),  
Morozov Sergej Mikhajlovich (RU),  
Filippova Ljubov' Ivanovna (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING CARBON FIBRE MATERIAL**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method involves soaking starting cellulose fibre with an aqueous solution containing 6.5% dibasic ammonium phosphate, 10.6% ammonium chloride and 2.5% sodium chloride at 30°C for 30 minutes, followed by pressing. The fibre is then dried at 95±5°C using a microwave source and

then heat treated in a medium of methane to 220°C. The partially carbonised material is heated in a medium of nitrogen to 2400°C. The microwave source has output power of 1-50 kW and operating frequency of 100-300 MHz.

EFFECT: invention increases efficiency of the method of producing carbon fibre with high strength.

2 ex

RU 2 4 7 5 5 7 1 C 1

RU 2 4 7 5 5 7 1 C 1

Изобретение относится к технологии получения углеродного волокнистого материала, используемого в качестве материала для высокотемпературной изоляции, нагревателей, токопроводящих элементов, наполнителей пластмасс, армирующих элементов, изделий медицинского назначения, защитных, сорбционных и других материалов.

Известен способ получения углеродного волокнистого материала пропиткой исходного целлюлозного волокна водным раствором катализатора на основе смеси гидроортофосфата и хлорида аммония до содержания его на волокне 15-30 мас.%, сушкой и термообработкой (см., например, описание изобретения к патенту США №3235323, НКИ 8 - 116.2, опубл. 1966).

Недостатком этого способа является неравномерность температурного воздействия на волокно в различных точках обрабатываемого материала и возникновение вследствие этого локального перегрева, что приводит к снижению уровня прочности углеродного волокнистого материала и увеличению нестабильности ряда показателей.

Наиболее близким из известных по своей технической сущности и достигаемому результату является выбранный в качестве прототипа способ получения углеродного волокнистого материала, включающий пропитку исходного целлюлозного волокна водным раствором каталитических соединений, содержащих хлористый натрий, гидроаммоний фосфат, хлорид аммония, сушку и термообработку с применением источника СВЧ в качестве средства для нагрева, карбонизацию и последующую графитацию (см, например, описание изобретения к патенту РФ №2016146, D01F 9/16, опубл. 15.07.1994).

Недостатком этого способа является неравномерность создаваемого теплового поля в обрабатываемой камере и вследствие этого неравномерность нагрева волокна, а также трудности, связанные с точной установкой требуемой температуры из-за инерционности нагревательных элементов.

Сущность заявляемого изобретения выражается в совокупности существенных признаков, достаточных для достижения обеспечиваемого предлагаемым изобретением технического результата.

Технический результат от использования предложенного изобретения - повышение эффективности способа за счет расширения функциональных возможностей без применения дополнительного оборудования, т.е. с использованием одного источника СВЧ с регулируемой мощностью 1-50 кВт, а также повышение уровня прочности полученного углеродного волокнистого материала за счет снижения скорости нагрева, повышения точности при установлении температуры и создания равномерного (безградиентного) теплового поля обрабатываемого материала.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе получения углеродного волокнистого материала, включающем пропитку исходного целлюлозного волокна водным раствором каталитических соединений, содержащих хлористый натрий, гидроаммоний фосфат, хлорид аммония, сушку и термообработку с применением источника СВЧ в качестве средства для нагрева, карбонизацию и последующую графитацию, целлюлозное волокно пропитывают в водном растворе, содержащем 6,5% гидроортофосфата аммония, 10,6% хлорида аммония и 2,5% хлорида натрия при температуре 30°C в течение 30 минут, отжимают и высушивают при температуре 95±5°C, а сушку и термообработку высушенного целлюлозного волокна проводят в среде метана до температуры 220°C с последующим нагревом частично карбонизованного материала в среде азота до температуры 2400°C.

Предложенный способ отвечает условиям патентоспособности "изобретательский

уровень" и "промышленная применимость", поскольку он может быть реализован существующими техническими средствами и соответствует критерию "изобретательский уровень", т.к. он явным образом не следует из уровня техники, при этом из последнего не выявлено каких-либо преобразований, характеризующихся отличительными от прототипа существенными признаками, на достижение указанного технического результата.

Таким образом, предложенное техническое решение соответствует установленным условиям патентоспособности изобретения.

Заявляемый способ заключается в следующем. Исходное целлюлозное волокно пропитывают водным раствором соли сильной кислоты и азотсодержащего основания (фосфата, хлорида аммония и др.) или водными растворами, содержащими смеси этих веществ до содержания на волокне до 30%. Пропитанный материал карбонизируют до температуры 240-500°C и подвергают температурной обработке. Указанная задача решается таким образом, что сушку и термообработку производят в присутствии введенного катализатора с применением генератора сверхвысоких частот (СВЧ), а рабочая камера с волокном является нагрузкой для источника энергии СВЧ.

В качестве источников СВЧ энергии используются СВЧ генераторы мощностью 1-5 КВт с рабочей частотой 2450 МГц и мощностью 1-50 КВт с рабочей частотой 915 МГц. Выбор типа генератора и его мощность определяют размерами рабочей камеры и количеством помещаемого материала в камеру.

Обеспечение равномерного СВЧ нагрева и установления требуемой температуры нагрева обеспечивают преимуществами, которые СВЧ нагрев имеет по сравнению с традиционными источниками:

- тепловая безинерционность, т.е. возможность практически мгновенного включения и выключения теплового воздействия на обрабатываемый материал, что приводит к высокой точности регулировки процесса нагрева и его воспроизводимости;
- возможность равномерного нагрева при соответствующем подводе энергии в камеру, т.к. нагрев полем СВЧ происходит одновременно во всех точках обрабатываемого материала, чего невозможно достичь традиционными методами;
- высокий КПД преобразования СВЧ энергии в тепловую (теоретически близок к 100%) при соответствующей конструкции камеры;
- возможность избирательного нагрева отдельных составляющих многокомпонентных смесей (нагревают составляющие, имеющие высокое значение tg д);
- возможность саморегулирующего нагрева при сушке материалов, у которых tg д пропорционален влажности: высушенные области перестают нагреваться, а там, где сохранилась повышенная влажность, нагрев продолжают.

Способ иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. Целлюлозное волокно круглого сечения, полученное по кордному способу с применением модификатора и ориентационной вытяжки прочностью 36-38 гс/текс, линейной плотности 192 текс, подвергают текстильной переработке в ткань 2/2 саржевого переплетения и используют в качестве исходного образца для получения волокнистого материала. Образец вискозной ткани пропитывают в водном растворе, содержащем 6,5% гидроортофосфата аммония, 10,6% хлорида аммония и 2,5% хлорида натрия при температуре 30°C в течение 30 минут, отжимают на плюсовке и высушивают традиционным способом при температуре 95±5°C. Высушенную ткань подвергают термической обработке до температуры 220°C в среде

метана, используя СВЧ-генератор мощностью 1 кВт с рабочей частотой 2450 МГц, после чего полученный частично карбонизованный материал нагревают до температуры 2400°C в среде азота. Получают мягкую графитированную ткань.

Проведенные исследования показали, что при получении заявленного углеродного волокнистого материала предел прочности при разрыве на 5 см ширины ткани составил не менее 60 кгс по основе и не менее 25 кгс по утку, что примерно на 12% выше аналогичных показателей материала, полученного по традиционной технологии.

Пример 2. Целлюлозное волокно перерабатывают по примеру 1, изменяя только мощность генератора на стадии карбонизации: 1500 Вт; 2000 Вт; 2500 Вт; 3000 Вт; 3500 Вт; 4000 Вт; 4500 Вт; 5000 Вт.

Таким образом, применение предложенного способа обеспечивает повышение уровня прочности полученного углеродного волокнистого материала за счет снижения скорости нагрева, повышения точности при установлении температуры и создания равномерного (безградиентного) теплового поля обрабатываемого материала.

#### Формула изобретения

Способ получения углеродного волокнистого материала, включающий пропитку исходного целлюлозного волокна водным раствором каталитических соединений, содержащих хлористый натрий, гидроаммоний фосфат, хлорид аммония, сушку и термообработку с применением источника СВЧ в качестве средства для нагрева, карбонизацию и последующую графитацию, отличающийся тем, что целлюлозное волокно пропитывают в водном растворе, содержащем 6,5% гидроортофосфата аммония, 10,6% хлорида аммония и 2,5% хлорида натрия при температуре 30°C в течение 30 мин, отжимают и высушивают при температуре 95±5°C, а термообработку высушенного целлюлозного волокна проводят в среде метана до температуры 220°C с последующим нагревом частично карбонизованного материала в среде азота до температуры 2400°C.