



УКРАЇНА

(19) UA (11) 53726 (13) C2

(51) 7 C01B31/04, C04B35/52

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ВИГОТОВЛЕННЯ ФОРМОВАНИХ ПРОФІЛЬОВАНИХ ВИРОБІВ ІЗ ВУГЛЕЦЬ-ВУГЛЕЦЕВИХ КОМПОЗИЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ

1

(21) 2000010249

(22) 17 01 2000

(24) 17 02 2003

(46) 17 02 2003, Бюл. №2, 2003 р.

(72) Біленко Леонід Дмитрович, Карпенко Надія
Олександрівна, Єрошкін Сергій Володимирович

(73) Біленко Леонід Дмитрович

(56) SU 530849, 26 09 74

SU 820158, 28 11 79

SU 1498188, 15 07 87

RU 2047588, 14 05 92

(57) Спосіб виготовлення формованих профільованих виробів із вуглець-вуглецевих композиційних матеріалів, що включає формування заготовки шляхом нанесення вуглецевого волокнистого матеріалу, просоченого смолою, що полімеризується, обтиснення сформованої заготовки, карбонізацію заготовки, видалення засобів для обтиснення і

2

термічну обробку заготовки при температурі, не меншій температури експлуатації виробу, який відрізняється тим, що заготовку не менше, ніж для двох виробів, формують на графитовій оправці по замкнутому контуру, після обтиснення наносять дренажний шар, вакуумну оболонку, вакуумують і перед карбонізацією у безокислювальній атмосфері додатково полімеризують під тиском 0,5-10 атм, а після полімеризації разом з засобами для обтиснення знімають вакуумну оболонку та дренажний шар, термічну обробку заготовки проводять на графтовій оправці, після чого здійснюють піролітичне ущільнення з зовнішньої поверхні заготовки, вилучають графтову оправку, здійснюють піролітичне ущільнення з зовнішньої та з внутрішньої поверхонь заготовки і розрізають заготовку на вироби

Винахід відноситься до технології одержання вуглецевих виробів, а саме формованих профільованих виробів із вуглець-вуглецевого композиційного матеріалу, які використовують у високотемпературній техніці, наприклад металургії, авіабудуванні, ракетобудуванні

Найбільш близьким по технічній суті та досягаемому результату до винаходу, що заявляється, є спосіб виготовлення формованих виробів із вуглець-вуглецевого композиційного матеріалу [див. п. РФ №2047588, М. Кл. ⁵ C04B35/52, від 14 05 92, опубл. 10 11 95], що включає формування заготовки шляхом нанесення на оправку вуглецевого волокнистого матеріалу, просоченого смолою, що полімеризується, обтиснення сформованої заготовки, карбонізацію заготовки, видалення засобів для обтиснення і термічну обробку заготовки при температурі, не меншій температури експлуатації виробу

У відомому способі заготовку виробу конкретної форми формують на металевій оправці. Після обтиснення проводять карбонізацію при температурі 800 - 850°C, видаляють засоби для обтиснення та вилучають металеву оправку і проводять термічну обробку при температурі 800 - 1500°C

Відомий спосіб не забезпечує можливості одержувати профільовані вироби з заданою точністю

геометрії, що приводить до високого виходу браку та високих матеріальних і енергетичних витрат

Це обумовлюється тим, що на металевій оправці формують заготовку виробу конкретної форми. Заготовку відразу піддають карбонізації, яку проводять при температурі 800 - 850°C. При такій температурі смола не встигає полімеризуватися, а практично миттєво карбонізується, що призводить до високої пористості виробів. При цьому знижується міцність матеріалу. Профільовані вироби, якщо їх виготовляти таким способом, не здатні утримувати необхідну форму. При повторній термічній обробці, наприклад кутового профілю, яку проводять без засобів для обтиснення та металеві оправки, кут між полицями профільованого виробу розкривається, що обумовлює високу кількість бракованих виробів. Так само майже неможливо одержати профільовані вироби будь-якої іншої форми. У великій мірі вихід бракованих виробів обумовлений саме тим, що на оправці одразу формують заготовку тієї форми, яку повинен мати профільований виріб. Крім того, при термічній обробці заготовки, сформованої на металевій оправці, відбувається нерівномірний нагрів композиційного матеріалу по його товщині, виникають

(13) C2

(11) 53726

(19) UA

локальні перегріву ділянок виробу, тому що метал та вуглець-вуглецевий матеріал мають різні коефіцієнти теплопровідності, а отже нагріваються під час карбонізації з різними швидкостями. Це приводить до одержання після карбонізації заготовок з неоднорідними структурою та щільністю. Якість заготовки недостатня також із-за того, що метал оправки при температурі 800 - 850°C реагує з внутрішньою поверхнею заготовки з утворенням карбідів металу, що негативно впливає на експлуатаційні властивості виробів, які призначені для використання у високотемпературній техніці. Усі ці фактори приводять до одержання великої кількості браку та високих матеріальних і енергетичних витрат.

В основу винаходу поставлено задачу удосконалення способу виготовлення формованих профільованих виробів із вуглець-вуглецевих композиційних матеріалів, у якому шляхом уведення нових операцій, нової їх послідовності та нових режимів їх виконання забезпечується можливість одержувати профільовані вироби з заданою точністю геометрії, за рахунок чого підвищується якість виробів та знижуються матеріальні і енергетичні витрати.

Поставлена задача вирішується тим, що у спосіб виготовлення формованих профільованих виробів із вуглець-вуглецевих композиційних матеріалів, що включає формування заготовки шляхом нанесення на оправку вуглецевого волокнистого матеріалу, просоченого смолою, що полімеризується, обтиснення сформованої заготовки, карбонізацію заготовки, віддалення засобів для обтиснення і термічну обробку заготовки при температурі, не меншій температури експлуатації виробу, відповідно до винаходу, новим є те, що заготовку не менше, ніж для двох виробів, формують на графітовій оправці по замкнутому контуру, після обтиснення наносять дренажний шар, вакуумну оболонку, вакуумують і перед карбонізацією у безокислювальній атмосфері додатково полімеризують під тиском 0,5 - 10атм, а після полімеризації разом з засобами для обтиснення знімають вакуумну оболонку та дренажний шар, термічну обробку заготовки проводять на графітовій оправці, після чого здійснюють піролітичне ущільнення з зовнішньої поверхні заготовки, вилучають графітову оправку, здійснюють піролітичне ущільнення з зовнішньої та з внутрішньої поверхонь заготовки і розрізають заготовку на вироби.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю суттєвих ознак винаходу, що заявляється, та технічним результатом, що досягається, полягає у тому, що уведення нових операцій, нова послідовність їх виконання та нові режими їх виконання, а саме:

- формування заготовки для одержання не менше, ніж для двох виробів одночасно,
- формування заготовки на графітовій оправці по замкнутому контуру,
- нанесення після обтиснення дренажного шару,
- розміщення одержаного пакету у вакуумній оболонці з подальшим її вакуумуванням,
- додаткова полімеризація перед карбонізацією під тиском 0,5 - 10атм,

- карбонізація без вакуумної оболонки, дренажного шару та засобів для обтиснення у безокислювальній атмосфері,

- термічна обробка заготовки на графітовій оправці,

- піролітичне ущільнення з зовнішньої поверхні заготовки,

- піролітичне ущільнення після вилучення графітової оправки з зовнішньої та з внутрішньої поверхонь заготовки,

- розрізання заготовки на вироби.

У сукупності з відомими ознаками забезпечують можливість одержувати формовані профільовані вироби з заданою точністю геометрії, за рахунок чого підвищується якість виробів, виключається імовірність одержання браку, та знижуються матеріальні і енергетичні витрати.

Формування заготовки по замкнутому контуру для виготовлення одночасно на одній оправці не менше, ніж двох виробів, забезпечує одержання після проведення усіх операцій за винаходом виробів з заданою геометрією профілю з високою точністю. Це відбувається завдяки таким факторам. При формуванні профільованого виробу на графітовій оправці забезпечується рівномірний нагрів композиційного матеріалу по його товщині, тому що матеріал оправки і матеріал виробу мають однаковий коефіцієнт теплопровідності. Завдяки цьому заготовки не зазнають локальних перегрівів ні при полімеризації, ні при карбонізації та термічній обробці, що дозволяє одержувати вироби з однорідною по усьому об'єму структурою. На досягнення цієї мети спрямована і попередня полімеризація, яку проводять після обтиснення заготовки, нанесення дренажного шару та розміщення одержаного пакету у вакуумній оболонці. Під час полімеризації із смоли виділяються леткі фракції, які поглинаються дренажним шаром. Завдяки цьому виключається можливість окислення та забруднення композиційного матеріалу, що сприяє одержанню високоякісних виробів. Після вакуумування оболонки полімеризація під тиском 0,5 - 10атм відбувається повно та рівномірно по усьому об'єму композиційного матеріалу, із якого сформована заготовка. Завдяки тому, що полімеризація відбувається під тиском, композиційний матеріал по мірі виділення газу рівномірно ущільнюється і набуває однорідної структури. Величину тиску у процесі полімеризації обрано експериментально у межах від 0,5 до 10атм, бо при цьому забезпечується можливість рівномірно ущільнювати композиційний матеріал і одержувати заготовку з однорідною структурою та оптимальною щільністю, що важливо при проведенні подальших операцій - карбонізації та термічної обробки, а також піролітичного ущільнення заготовки спочатку зовнішньої поверхні, а потім з зовнішньої та внутрішньої поверхонь заготовки. При полімеризації заготовок під тиском меншим, ніж 0,5атм, не забезпечується досягнення однорідної структури композиційного матеріалу з оптимальною щільністю. Після полімеризації та карбонізації заготовки мають високу пористість, що завадить досягненню достатнього ступеня ущільнення виробів та приводить до одержання бракованих виробів і до високих витрат електроенергії при проведенні піролі-

тичного ущільнення. При полімеризації заготовок під тиском більшим ніж 10атм, композиційний матеріал матиме дуже низьку пористість і при піролітичному ущільненні проникнення вуглеводневого газу, який при цьому використовують, у середину матеріалу буде утрудненим, що приведе до одержання виробів з недостатньою міцністю. Заготовки з однорідною структурою та оптимальною щільністю під час карбонізації та термічної обробки набувають рівномірної по усьому своєму об'єму міцності та жорсткості. Те, що карбонізацію проводять у безокислювальній атмосфері, запобігає забрудненню композиційного матеріалу і, таким чином, сприяє одержанню виробів високої якості із стабільними характеристиками, такими як міцність та жорсткість конструкції. Термічну обробку при температурі, не меншій температури експлуатації виробів, проводять на графітовій оправці, щоб уникнути можливості деформування заготовки, доки вона ще не придбала достатніх для утримання форми міцності та жорсткості. Так само на графітовій оправці здійснюють з назовні поверхні заготовки, яка після проведення попередніх операцій має однорідну структуру та оптимальну щільність, піролітичне ущільнення. Вуглеводневий газ за таких умов проникає у пори заготовки, вуглець осаджується у них і ущільнює та зміцнює заготовку до такої міри, що вона здатна утримувати форму після того, як буде вилучена графітова оправка. Подальше осадження піролітичного вуглецю, яке здійснюють на заготовку, зняту з графітової оправки, спрямоване на ущільнення та зміцнення як зовнішньої, так і внутрішньої поверхні заготовки. Після заповнення піролітичним вуглецем пор та досягнення достатньої міцності та жорсткості заготовки її розрізають уздовж не менш, ніж на дві частини і одержують необхідні профільовані вироби.

Після проведення усіх операцій за винаходом одержують профільовані вироби, які утримують свою геометричну форму при роботі у високотемпературних режимах. При цьому практично виключена можливість одержання бракованих виробів, а витрати на їх виготовлення суттєво менші від витрат при виготовленні виробів за прототипом. Способом за винаходом можна виготовляти одночасно на одній графітовій оправці не менше ніж два вироби, таких як кутовий профіль, швелери, жолобообразні профільовані вироби та інші. У залежності від того, які саме вироби необхідно виготовити, заготовки формують по замкненому контуру на графітовій оправці тієї форми, яка забезпечить одержання цих виробів. При виготовленні кутового профілю або швелерів використовують паралелепіпед, основою якого є квадрат або прямокутник. Якщо необхідно одержати жолобообразні профільовані вироби, то використовують циліндр з кругом, овалом, чи іншою необхідною фігурою у основі. Кількість частин, на які розрізають заготовку, також залежить від того, якої форми профільовані вироби необхідно виготовити.

Спосіб за винаходом здійснюють таким чином.

Графітову оправку покривають розділювальним шаром целофану, на який викладають у декілька шарів вуглецевий волокнистий матеріал, наприклад вуглецеву тканину "Етан", який утворює замкнений контур навколо графітової оправки.

Вуглецевий волокнистий матеріал попередньо просочений смолою, що полімеризується, наприклад фенол-формальдегідною смолою, а кількість шарів, які наносять на графітову оправку визначається товщиною формованого профільованого виробу, який виготовляють. Вуглецевий волокнистий матеріал також покривають розділювальним шаром. Далі розміщують засоби для обтиснення заготовки, якими можуть бути, наприклад, кутові профілі. Після цього навкруги заготовки наносять дренажний шар. Сформований пакет розміщують у вакуумній оболонці, виконаній із прогумованої тканини, або інших термостійких полімерних плівок. Вакуумну оболонку герметизують та вакуумують і у такому вигляді уводять у піч, де відбувається полімеризація смоли під тиском. Піч нагрівають до температури полімеризації, а величину тиску установлюють у межах від 0,5 до 10атм. Після полімеризації знімають вакуумну оболонку, дренажний шар та засоби для обтиснення, знову розміщують заготовку на графітовій оправці у печі та проводять карбонізацію при температурі 800 - 900°C у безокислювальній атмосфері, наприклад у атмосфері азоту. Після карбонізації заготовка має щільність 1,1 - 1,15г/см³. Далі проводять термічну обробку заготовки на графітовій оправці при температурі, не меншій температури експлуатації профільованого виробу, і разом з графітовою оправкою розміщують заготовку у вакуумній печі, де здійснюється піролітичне ущільнення з зовнішньої поверхні заготовки. Піролітичне ущільнення проводять шляхом осадження піролітичного вуглецю із метану при температурі 900 - 1000°C. Після того як міцність та щільність заготовки з зовнішньої поверхні буде достатньою для того, щоб утримувати свою геометричну форму, заготовку знімають з графітової оправки і здійснюють піролітичне ущільнення тепер уже і з зовнішньої і з внутрішньої поверхні заготовки. Після досягнення достатньої щільності обох поверхні заготовку розрізають і одержують профільовані вироби необхідної геометричної форми. При виготовленні швелерів заготовку, сформовану на графітовій оправці, яка має форму паралелепіпеда, розрізають на дві частини, при виготовленні кутового профілю - на чотири частини. Для виготовлення інших профільованих виробів використовують графітові оправки відповідної форми, яка забезпечить одержання таких виробів.

Профільовані вироби, виготовлені способом за винаходом, здатні утримувати свою геометричну форму в умовах високотемпературної експлуатації завдяки тому, що заготовку, сформовану по замкненому контуру, піддають усім операціям, які можуть привести до порушення точності її геометрії, на графітовій оправці і цю оправку вилучають тільки після того, як заготовка набуває такої щільності, міцності та жорсткості, коли вона вже сама спроможна утримувати свою форму, і тільки після цього та після проведення піролітичного ущільнення з зовнішньої та внутрішньої поверхні її розрізають на вироби необхідної геометричної форми. Це забезпечує одержання виробів з заданою точністю геометрії.

