



دانشگاه آزاد اسلامی

واحد تهران جنوب

دانشکده تحصیلات تکمیلی

پایان نامه برای دریافت درجه کارشناسی ارشد “*M.Sc*”

مهندسی نساجی – شیمی نساجی و علوم الیاف

عنوان :

تاثیر برخی پارامترهای بنیادی بر خواص مکانیکی و فیزیکی

الیاف کربن تولید شده از پیش زمینه PAN

استاد راهنما :

استاد مشاور :

نگارش:

## فهرست مطالب

| عنوان مطالب                                                                      | شماره صفحه |
|----------------------------------------------------------------------------------|------------|
| چکیده                                                                            | ۱          |
| مقدمه                                                                            | ۳          |
| <b>فصل اول : تاریخچه، معرفی و بررسی پیش زمینه های مختلف</b>                      |            |
| ۱-۱ : مقدمه                                                                      | ۶          |
| ۲-۱ : تاریخچه                                                                    | ۶          |
| ۳-۱ : روش کلی تولی الیاف کربن                                                    | ۸          |
| ۴-۱ : روش های تولید الیاف کربن از پیش زمینه های مختلف                            | ۸          |
| ۵-۱ : ترکیبات مورد استفاده جهت تولید الیاف کربن به روش پیرولیز                   | ۸          |
| ۶-۱ : انتخاب پیش زمینه مناسب جهت تولید الیاف کربن به روش پیرولیز                 | ۱۰         |
| ۱-۶-۱ : مواد سلولزی                                                              | ۱۰         |
| ۲-۶-۱ : ریون                                                                     | ۱۰         |
| ۳-۶-۱ قیر مزوفاز و الیاف پلی اکریلونیتریل ( PAN )                                | ۱۰         |
| ۱-۳-۶-۱ : مقایسه خصوصیات الیاف کربن حاصل از قیر مزو فاز و الیاف پلی اکریلونیتریل | ۱۱         |
| ۱-۱-۳-۶-۱ : بررسی خصوصیات کششی                                                   | ۱۱         |
| ۲-۱-۳-۶-۱ : بررسی خصوصیات فشاری                                                  | ۱۲         |
| ۳-۱-۳-۶-۱ : بررسی مقاومت الکتریکی                                                | ۱۲         |
| ۴-۱-۳-۶-۱ : بررسی قابلیت هدایت گرمایی                                            | ۱۳         |
| ۵-۱-۳-۶-۱ : بررسی رابطه بین خصوصیات فیزیکی الیاف کربن حاصل از PAN و Pitch        | ۱۴         |
| <b>فصل دوم : بررسی روش های تولید پیش زمینه الیاف PAN</b>                         |            |
| ۱-۲ : آشنایی با الیاف پلی اکریلو نیتریل ( PAN )                                  | ۱۶         |
| ۲-۲ : تولید پلی اکریلو نیتریل                                                    | ۱۶         |
| ۳-۲ : تولید مونومر اکریلونیتریل ( وینیل سیانید )                                 | ۱۷         |

## فهرست مطالب

| عنوان مطالب                                                                                     | شماره صفحه |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| ۴-۲ : روش های پلیمریزاسیون پلی اکریلونیتریل                                                     | ۱۷         |
| ۱-۴-۲ : مقدمه                                                                                   | ۱۷         |
| ۲-۴-۲ : پلیمریزاسیون توده ای                                                                    | ۱۸         |
| ۳-۴-۲ : پلیمریزاسیون محلول                                                                      | ۱۸         |
| ۴-۴-۲ : پلیمریزاسیون تعلیقی                                                                     | ۱۹         |
| ۵-۴-۲ : پلیمریزاسیون امولوسیونی                                                                 | ۱۹         |
| ۶-۴-۲ : انتخاب روش مناسب پلیمریزاسیون PAN                                                       | ۲۰         |
| ۵-۲ : ریسندگی الیاف پلی اکریلونیتریل ( PAN )                                                    | ۲۱         |
| ۱-۵-۲ : مقدمه                                                                                   | ۲۱         |
| ۲-۵-۲ : روش مناسب ریسندگی الیاف پلی اکریلونیتریل ( PAN )                                        | ۲۲         |
| ۱-۲-۵-۲ : روش تر ریزی الیاف پلی اکریلونیتریل ( PAN )                                            | ۲۲         |
| ۱-۱-۲-۵-۲ : حلال های مناسب جهت ریسندگی الیاف PAN به روش تر ریزی                                 | ۲۵         |
| ۲-۱-۲-۵-۲ : مزایای تر ریزی                                                                      | ۲۵         |
| ۳-۱-۲-۵-۲ : معایب تر ریزی                                                                       | ۲۵         |
| ۲-۲-۵-۲ : روش خشک ریزی الیاف پلی اکریلونیتریل ( PAN )                                           | ۲۶         |
| ۱-۲-۲-۵-۲ : عوامل مهم در خشک ریزی                                                               | ۲۶         |
| ۲-۲-۲-۵-۲ : مزایای خشک ریزی الیاف PAN                                                           | ۲۷         |
| ۳-۲-۲-۵-۲ : معایب خشک ریزی الیاف PAN                                                            | ۲۷         |
| ۶-۲ : خواص مناسب پلیمر PAN در پلیمریزاسیون، ریسندگی و تولید به عنوان پیش زمینه تولید الیاف کربن | ۲۷         |
| ۱-۶-۲ : مقدمه                                                                                   | ۲۷         |
| ۲-۶-۲ : تعیین شرایط مناسب جهت دستیابی به خواص مناسب پلیمر پیش زمینه PAN                         | ۲۷         |

## فهرست مطالب

|    |                                                                          |
|----|--------------------------------------------------------------------------|
| ۲۹ | ۷-۲: علل ترجیح دادن الیاف PAN به دیگر پیش زمینه ها جهت تولید الیاف کربن  |
|    | <b>فصل سوم: بررسی فرآیند تولید الیاف کربن و مروری بر آخرین تحقیقات</b>   |
| ۳۱ | ۱-۳: مقدمه ای بر تولید الیاف کربن از پیش زمینه PAN                       |
| ۳۱ | ۲-۳: انواع الیاف کربن تولید شده از پیش زمینه الیاف PAN                   |
| ۳۲ | ۳-۳: مراحل اصلی پروسه تولید الیاف کربن از پیش زمینه الیاف PAN            |
| ۳۳ | ۴-۳: پایداری الیاف پیش زمینه PAN در فرآیند تولید الیاف کربن              |
| ۳۳ | ۱-۴-۳: مقدمه                                                             |
| ۳۳ | ۲-۴-۳: دمای مرحله پایداری حرارتی                                         |
| ۳۴ | ۳-۴-۳: کشش در مرحله پایداری                                              |
| ۳۴ | ۱-۳-۴-۳: مقدمه                                                           |
| ۳۵ | ۲-۳-۴-۳: تاثیر کشش بر پیشرفت پایداری الیاف PAN                           |
| ۳۶ | ۳-۳-۴-۳: تاثیر نسبت کشش بر تنش وارد شده به الیاف در مرحله پایداری حرارتی |
| ۳۹ | ۴-۴-۳: اتمسفر مناسب جهت مرحله پایداری حرارتی                             |
| ۳۹ | ۱-۴-۴-۳: مقدمه                                                           |
| ۳۹ | ۲-۴-۴-۳: کاربرد اتمسفر SO <sub>2</sub>                                   |
| ۳۹ | ۳-۴-۴-۳: کاربرد اتمسفر خنثی                                              |
| ۴۰ | ۵-۴-۳: واکنش های رخ داده در مرحله پایداری حرارتی                         |
| ۴۰ | ۱-۵-۴-۳: مقدمه                                                           |
| ۴۱ | ۲-۵-۴-۳: واکنش اکسیداسیون الیاف PAN                                      |
| ۴۳ | ۳-۵-۴-۳: فرآیند هیدروژن زدایی                                            |
| ۴۳ | ۴-۵-۴-۳: واکنش حلقوی سازی                                                |

## فهرست مطالب

| شماره صفحه | عنوان مطالب                                                                    |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| ۴۵         | ۳-۴-۶: عوامل تاثیر گذار در میزان اکسیداسیون الیاف PAN                          |
| ۴۵         | ۳-۴-۶-۱: تاثیر میزان اکسیژن موجود در محیط پایداری بر میزان اکسیداسیون الیاف    |
| ۴۶         | ۳-۴-۷: تاثیر میزان اکسیداسیون بر خواص الیاف کربن                               |
| ۴۶         | ۳-۴-۷-۱: بررسی استحکام                                                         |
| ۴۷         | ۳-۴-۷-۲: بررسی دانسیته                                                         |
| ۴۸         | ۳-۴-۷-۳: بررسی میزان ازدیاد طول تا حد پارگی                                    |
| ۴۸         | ۳-۴-۸: اندازه گیری میزان اکسیداسیون الیاف در مرحله پایداری                     |
| ۵۰         | ۳-۴-۹: خصوصیات الیاف پلی اکریلونیتریل پایدار شده                               |
| ۵۲         | ۳-۴-۱۰: مشکلات پایداری الیاف پیش زمینه PAN                                     |
| ۵۲         | ۳-۵: کربنیزاسیون الیاف پیش زمینه PAN، در فرآیند تولید الیاف کربن               |
| ۵۲         | ۳-۵-۱: مقدمه                                                                   |
| ۵۳         | ۳-۵-۲: بررسی خروج ترکیبات گازی از ساختار الیاف پایدار شده در مرحله کربنیزاسیون |
| ۵۴         | ۳-۵-۳: اتمسفر مناسب جهت کوره کربنیزاسیون                                       |
| ۵۶         | ۳-۵-۴: بررسی فرآیند کربنیزاسیون بر اساس تفکیک محدوده دمایی                     |
| ۵۶         | ۳-۵-۴-۱: آغاز کربنیزاسیون                                                      |
| ۵۶         | ۳-۵-۴-۲: محدوده دمایی °C ۶۰۰ - ۳۰۰                                             |
| ۵۶         | ۳-۵-۴-۳: محدوده دمایی °C ۱۰۰۰ - ۶۰۰                                            |
| ۵۷         | ۳-۵-۴-۴: محدوده دمایی °C ۱۴۰۰ - ۱۲۰۰                                           |
| ۵۷         | ۳-۵-۴-۵: محدوده دمایی بالاتر از °C ۱۴۰۰                                        |
| ۵۸         | ۳-۵-۵: بررسی خصوصیات الیاف، در مرحله کربنیزاسیون                               |
| ۵۹         | ۳-۵-۵-۱: میزان خروج نیتروژن از الیاف                                           |

## فهرست مطالب

| عنوان مطالب                                                                                                           | شماره صفحه |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| ۲-۵-۵-۳ : میزان کاهش وزن الیاف                                                                                        | ۶۰         |
| ۳-۵-۵-۳ : مقاومت الکتریکی الیاف                                                                                       | ۶۱         |
| ۴-۵-۵-۳ : مدول یانگ الیاف                                                                                             | ۶۲         |
| ۵-۵-۵-۳ : استحکام کششی الیاف                                                                                          | ۶۲         |
| ۶-۵-۵-۳ : دانسیته الیاف                                                                                               | ۶۴         |
| ۷-۵-۵-۳ : بررسی رفتار نیتروژن زدایی الیاف PAN پایدار شده در فرآیند کربنیزاسیون و تاثیر آن بر استحکام الیاف کربن نهایی | ۶۵         |
| ۸-۵-۵-۳ : کاربرد میدان مغناطیسی با شدت بالا در مرحله کربنیزاسیون جهت افزایش استحکام الیاف کربن                        | ۶۶         |
| ۹-۵-۵-۳ : بررسی تاثیر فرآیند کربنیزاسیون در محدوده های دمایی مختلف بر روی ساختار و خصوصیات مکانیکی الیاف              | ۶۷         |
| ۶-۳ : گرافیته کردن                                                                                                    | ۶۹         |
| ۷-۳ : عملیات سطحی                                                                                                     | ۷۰         |
| ۱-۷-۳ : ضرورت انجام عملیات سطحی                                                                                       | ۷۰         |
| ۲-۷-۳ : انواع سیستم های عملیات سطحی                                                                                   | ۷۰         |
| ۳-۷-۳ : روش های عملیات سطحی                                                                                           | ۷۱         |
| ۴-۷-۳ : روش الکتروشیمیایی یا اکسیداسیون آندی                                                                          | ۷۱         |
| ۱-۴-۷-۳ : انتخاب الکترولیت                                                                                            | ۷۲         |
| ۲-۴-۷-۳ : کاتد                                                                                                        | ۷۳         |
| ۳-۴-۷-۳ : عوامل تعیین کننده شدت جریان                                                                                 | ۷۴         |
| ۴-۴-۷-۳ : چگونگی اعمال جریان الکتریکی به آند                                                                          | ۷۴         |
| ۵-۴-۷-۳ : شستشو                                                                                                       | ۷۵         |
| ۶-۴-۷-۳ : آهار زنی ( سایننگ ) الیاف                                                                                   | ۷۵         |

## فهرست مطالب

شماره صفحه

عنوان مطالب

### فصل چهارم : کاربرد و تخمین مصارف الیاف کربن

|    |                                                                                                            |
|----|------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ۷۷ | ۱-۴ : مقدمه                                                                                                |
| ۷۷ | ۱-۴-۱ : صنایع فضایی                                                                                        |
| ۷۷ | ۱-۴-۲ : صنایع هوایی                                                                                        |
| ۷۸ | ۱-۴-۳ : صنایع حمل و نقل                                                                                    |
| ۷۹ | ۱-۴-۴ : صنایع پزشکی                                                                                        |
| ۷۹ | ۱-۴-۵ : صنایع ساختمانی                                                                                     |
| ۸۰ | ۱-۴-۶ : صنایع ورزشی و مصارف تفننی                                                                          |
| ۸۰ | ۱-۴-۷ : سایر کاربردها                                                                                      |
| ۸۰ | ۲-۴ : بررسی تولید و مصرف الیاف کربن بر پایه الیاف پلی اکریلونیتریل در جهان                                 |
| ۸۱ | ۲-۴-۱ : بررسی بهترین تولید کننده های الیاف کربن از الیاف PAN                                               |
| ۸۱ | ۲-۴-۲ : بررسی تاریخچه و روند رشد نیاز جهانی به الیاف کربن                                                  |
| ۸۲ | ۲-۴-۳ : تخمین تولید جهانی الیاف کربن از الیاف PAN بر اساس محدوده جغرافیایی و مصرف جهانی بر اساس مصارف عمده |
| ۸۳ | ۲-۴-۴ : تخمین تولید جهانی الیاف کربن از الیاف PAN بر اساس پتانسیل مصارف عمده                               |
| ۸۴ | ۲-۴-۵ : رشد مصرف الیاف کربن در سالهای ۲۰۰۰-۱۹۸۵ میلادی                                                     |

### فصل پنجم : مواد اولیه، کمکی، تجهیزات و روش انجام آزمایشات

|    |                                                  |
|----|--------------------------------------------------|
| ۸۷ | ۱-۵ : مقدمه                                      |
| ۸۷ | ۲-۵ : مواد اولیه و کمکی                          |
| ۸۷ | ۲-۵-۱ : مواد اولیه                               |
| ۸۷ | ۲-۵-۱-۱ : مشخصات عمومی الیاف پیش زمینه           |
| ۸۸ | ۲-۵-۱-۲ : آنالیز عنصری و شیمیایی الیاف پیش زمینه |

## فهرست مطالب

| شماره صفحه                   | عنوان مطالب                                                              |
|------------------------------|--------------------------------------------------------------------------|
| ۸۸                           | ۵-۲-۱-۳ : مشخصات فیزیکی الیاف پیش زمینه                                  |
| ۸۸                           | ۵-۲-۱-۴ : مشخصات مکانیکی الیاف پیش زمینه                                 |
| ۹۰                           | ۵-۲-۲ : مواد کمکی                                                        |
| ۹۰                           | ۵-۳ : تجهیزات بکار رفته و روش انجام آزمایشات                             |
| ۹۱                           | ۵-۳-۱ : تجهیزات بکار رفته و روش انجام آزمایشات آهار زدایی و آغشته سازی   |
| ۹۵                           | ۵-۳-۲ : تجهیزات بکار رفته و روش انجام آزمایش پایداری سازی                |
| ۹۶                           | ۵-۳-۳ : روش انجام و تجهیزات بکار رفته در آزمایش کربنیزاسیون              |
| ۹۹                           | ۵-۳-۴ : تجهیزات بررسی خواص الیاف در مراحل مختلف تحقیق                    |
| <b>فصل ششم : نتایج و بحث</b> |                                                                          |
| ۱۰۳                          | ۶-۱ : مقدمه                                                              |
| ۱۰۴                          | ۶-۲ : فرآیند آهار زدایی                                                  |
| ۱۰۵                          | ۶-۳ : فرآیند آغشته سازی                                                  |
| ۱۰۵                          | ۶-۳-۱ : تاثیر پرمنگنات پتاسیم بر الیاف پلی اکریلونیتریل                  |
| ۱۰۶                          | ۶-۳-۲ : تکنیک ها و آزمایشات بکار رفته جهت بررسی خواص الیاف PAN آغشته شده |
| ۱۰۶                          | ۶-۳-۱-۱ : بررسی خصوصیات ظاهری الیاف                                      |
| ۱۰۹                          | ۶-۳-۲-۲ : بررسی میزان جذب پرمنگنات پتاسیم بر روی الیاف                   |
| ۱۱۱                          | ۶-۳-۲-۳ : بررسی حلالیت الیاف در حلال دی متیل فرمامید ( DMF )             |
| ۱۱۲                          | ۶-۳-۲-۴ : بررسی دانسیته الیاف                                            |
| ۱۱۳                          | ۶-۳-۲-۵ : بررسی دانسیته خطی الیاف                                        |
| ۱۱۴                          | ۶-۳-۲-۶ : بررسی ازدیاد طول تا حد پارگی الیاف                             |
| ۱۱۵                          | ۶-۳-۲-۷ : بررسی استحکام الیاف                                            |

## فهرست مطالب

| عنوان مطالب                                | شماره صفحه |
|--------------------------------------------|------------|
| ۸-۲-۳-۶ : بررسی آنالیز حرارتی الیاف        | ۱۱۷        |
| ۹-۲-۳-۶ : بررسی آنالیز عنصری الیاف         | ۱۲۵        |
| ۴-۶ : فرآیند و روش آزمایشات پایداری سازی   | ۱۲۶        |
| ۱-۴-۶ : مقدمه                              | ۱۲۶        |
| ۲-۴-۶ : تعیین سیکل پایداری سازی نمونه مرجع | ۱۲۷        |
| ۳-۴-۶ : پایداری سازی الیاف آغشته شده       | ۱۲۹        |
| ۵-۶ : فرآیند و روش آزمایشات کربنیزاسیون    | ۱۳۲        |
| <b>فصل هفتم : نتیجه گیری و پیشنهادات</b>   |            |
| ۱-۷ : مقدمه                                | ۱۳۵        |
| ۱-۱-۷ : نتیجه گیری                         | ۱۳۵        |
| ۲-۱-۷ : پیشنهادات                          | ۱۳۹        |
| <b>منابع و ماخذ</b>                        |            |
| فهرست منابع فارسی                          | ۱۴۰        |
| فهرست منابع لاتین                          | ۱۴۱        |
| چکیده انگلیسی                              | ۱۴۵        |

## فهرست جدول ها

شماره صفحه

عنوان

### فصل دوم

- ۲-۱ : حلال های پلی اکریلونیتریل، روش ریسندگی و درصد اکریلیک تولیدی در جهان ۲۰
- ۲-۲ : حلال های پلی اکریلونیتریل و درصد پلیمر حل شده در آنها ۲۱

### فصل سوم

- ۳-۱ : مشخصات پیش زمینه جهت بررسی تاثیر نسبت کشش بر تنش در مرحله پایدارسازی ۳۶
- ۳-۲ : تنظیم دمای عملیات در هر منطقه حرارتی و نسبت های کشش جهت بررسی تاثیر نسبت کشش بر تنش ۳۷
- ۳-۳ : مقایسه ترکیبات موجود در الیاف پایدار شده و الیاف پیش زمینه ۵۱
- ۳-۴ : خصوصیات فیزیکی الیاف پایدار شده PAN ۵۲
- ۳-۵ : خروج ترکیبات گازی از ساختار الیاف اکسید شده را در محدوده دمایی  $200-1000^{\circ}\text{C}$  ۵۴

### فصل چهارم

- ۴-۱ : تخمین تولید جهانی الیاف کربن از الیاف PAN بر اساس محدوده جغرافیایی ۸۳
- ۴-۲ : تخمین مصرف جهانی الیاف کربن بر پایه PAN براساس مصارف عمده ۸۳
- ۴-۳ : تخمین جهانی تولید الیاف کربن از الیاف PAN بوسیله پتانسیل مصارف عمده ۸۴

### فصل پنجم

- ۵-۱ : مشخصات عمومی الیاف پیش زمینه PAN بکار رفته در آزمایشات ۸۷
- ۵-۲ : آنالیز عنصری الیاف پیش زمینه PAN بکار رفته در آزمایشات ۸۸
- ۵-۳ : آنالیز شیمیایی الیاف پیش زمینه PAN بکار رفته در آزمایشات ۸۸
- ۵-۴ : مشخصات فیزیکی الیاف پیش زمینه PAN بکار رفته در آزمایشات ۸۹
- ۵-۵ : مشخصات مکانیکی الیاف پیش زمینه PAN بکار رفته در آزمایشات ۸۹
- ۵-۶ : کد گذاری الیاف PAN آغشته شده در ۱٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  $85^{\circ}\text{C}$  ۹۴
- ۵-۷ : کد گذاری الیاف PAN آغشته شده در ۳٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  $85^{\circ}\text{C}$  ۹۴
- ۵-۸ : کد گذاری الیاف PAN آغشته شده در ۵٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  $85^{\circ}\text{C}$  ۹۴

## فهرست جدول ها

شماره صفحه

عنوان

### فصل ششم

- ۱-۶ : آزمایش اولیه آهار زدایی الیاف پیش زمینه PAN در آب مقطر با دمای جوش و به مدت ۳ ساعت  
۱۰۵
- ۲-۶ : بررسی خصوصیات ظاهری الیاف PAN آغشته شده در ۱٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  
۱۰۷
- ۳-۶ : بررسی خصوصیات ظاهری الیاف PAN آغشته شده در ۳٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  
۱۰۷
- ۴-۶ : بررسی خصوصیات ظاهری الیاف PAN آغشته شده در ۵٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  
۱۰۸
- ۵-۶ : میزان  $\text{KMnO}_4$  جذب شده در الیاف PAN آغشته شده در ۱٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  
۱۰۹
- ۶-۶ : میزان  $\text{KMnO}_4$  جذب شده در الیاف PAN آغشته شده در ۳٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  
۱۰۹
- ۷-۶ : میزان  $\text{KMnO}_4$  جذب شده در الیاف PAN آغشته شده در ۵٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  
۱۱۰
- ۸-۶ : بررسی میزان حلالیت الیاف PAN پس از آغشته سازی در DMF  
۱۱۲
- ۹-۶ : اطلاعات استخراج شده از آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در ۳٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  
۱۲۱
- ۱۰-۶ : اطلاعات استخراج شده از آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در ۵٪ محلول پرمنگنات پتاسیم  
۱۲۲
- ۱۱-۶ : مقایسه آنالیز عنصری الیاف PAN اولیه آغشته شده  
۱۲۵
- ۱۲-۶ : سیکل های پایداری دما-زمان-کشش بررسی شده برای الیاف PAN اولیه  
۱۲۸
- ۱۳-۶ : سیکل برتر پایداری دما-زمان-کشش الیاف PAN اولیه  
۱۲۹
- ۱۴-۶ : سیکل های پایداری دما-زمان-کشش بررسی شده برای الیاف آغشته شده کد 3P-20  
۱۳۰
- ۱۵-۶ : مناسب ترین سیکل پایداری دما-زمان-کشش الیاف کد 3P-20  
۱۳۱
- ۱۶-۶ : بررسی سیکل های پایداری دما-زمان-کشش الیاف کد 5P-10  
۱۳۱
- ۱۷-۶ : مناسب ترین سیکل پایداری الیاف با کد 5P-10  
۱۳۲
- ۱۸-۶ : خواص الیاف پس از مرحله کربنیزاسیون  
۱۳۳

## فصل اول

- ۱-۱ : خصوصیات کششی الیاف کربن حاصله از PAN ، قیر مزوفاز و قیر ایزوتروپیک ۱۱
- ۲-۱ : خصوصیات فشاری الیاف کربن حاصل از PAN و Pitch ۱۲
- ۳-۱ : مقاومت الکتریکی الیاف کربن حاصل از PAN و Pitch ۱۳
- ۴-۱ : قابلیت هدایت گرمایی الیاف کربن حاصل از PAN و Pitch ۱۳
- ۵-۱ : بررسی رابطه مقاومت الکتریکی و مدول الیاف کربن حاصل از PAN و Pitch ۱۴

## فصل سوم

- ۱-۳ : میزان تنش به دست آمده الیاف در مراحل مختلف از ۵ منطقه تست تنش ۳۷
- ۲-۳ : تغییرات استحکام کششی الیاف PAN اکسید شده، در ماه های مختلف سال ۴۶
- ۳-۳ : بررسی استحکام الیاف با افزایش میزان اکسیداسیون ۴۷
- ۴-۳ : بررسی دانسیته الیاف با افزایش میزان اکسیداسیون ۴۷
- ۵-۳ : بررسی میزان Extention الیاف با افزایش میزان اکسیداسیون ۴۸
- ۶-۳ : میزان اکسیژن جذب شده در الیاف پایدار شده PAN با ظرفیت ۱/۵ دنیتر در دمای ۲۳۰ °C ۴۸
- ۷-۳ : دانسیته الیاف اکسید شده PAN با ترکیب AN/MA در درجه حرارت های ۲۴۰، ۲۵۵ و ۲۷۰ درجه سانتیگراد در طی مرحله پایدار سازی حرارتی ۴۹
- ۸-۳ : بررسی میزان اکسیژن موجود در الیاف پیش زمینه PAN با کوپلیمرهای مختلف، پس از مرحله پایدار سازی در دمای ۲۳۰ درجه سانتیگراد، برای دستیابی به خصوصیات بهینه الیاف کربن ۵۱
- ۹-۳ : میزان خروج ترکیبات گازی از ساختار الیاف اکسید شده را در محدوده دمایی ۲۰۰-۱۰۰۰ °C ۵۳
- ۱۰-۳ : میزان کاهش نیتروژن موجود در الیاف، در مرحله کربنیزاسیون تا دمای ۱۸۰۰ °C ۵۶
- ۱۱-۳ : تاثیر درجه حرارت عملیات حرارتی نهایی بر خصوصیات مکانیکی الیاف پایدار شده در شرایط مختلف ۵۸
- ۱۲-۳ : میزان خروج نیتروژن از الیاف ۵۹

## فهرست نمودارها

| عنوان                                                                                                    | شماره صفحه |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| ۱۳-۳ : میزان نیتروژن موجود در الیاف تا دمای $2500^{\circ}\text{C}$                                       | ۵۹         |
| ۱۴-۳ : کاهش وزن در طی عملیات حرارتی کربنیزاسیون                                                          | ۶۰         |
| ۱۵-۳ : میزان مقاومت الکتریکی الیاف در طی مرحله کربنیزاسیون                                               | ۶۱         |
| ۱۶-۳ : میزان مدول یانگ الیاف در طی مرحله کربنیزاسیون                                                     | ۶۲         |
| ۱۷-۳ : تغییرات خصوصیات مکانیکی و جمع شدگی در الیاف با افزایش دمای عملیات حرارتی                          | ۶۳         |
| ۱۸-۳ : تغییرات دانسیته الیاف با افزایش دمای عملیات حرارتی                                                | ۶۴         |
| ۱۹-۳ : میزان نیتروژن، هیدروژن و بازده محصول در طی عملیات حرارتی                                          | ۶۵         |
| ۲۰-۳ : اختلاف خصوصیات مکانیکی ( استحکام و مدول ) الیاف کربن با پیش زمینه PAN، نسبت به دمای عملیات حرارتی | ۶۸         |
| <b>فصل چهارم</b>                                                                                         |            |
| ۱-۴ : تاریخچه و روند رشد نیاز جهانی به الیاف کربن از سال ۱۹۶۰ میلادی تا کنون                             | ۸۲         |
| ۲-۴ : رشد مصرف الیاف کربن در سال های ۲۰۰۰-۱۹۸۵ میلادی                                                    | ۸۵         |
| <b>فصل ششم</b>                                                                                           |            |
| ۱-۶ : میزان $\text{KMnO}_4$ جذب شده در الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم                      | ۱۱۰        |
| ۲-۶ : بررسی دانسیته الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم                                         | ۱۱۳        |
| ۳-۶ : بررسی دانسیته خطی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم                                     | ۱۱۴        |
| ۴-۶ : بررسی ازدیاد طول تا حد پارگی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم                          | ۱۱۴        |
| ۵-۶ : بررسی استحکام الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم                                         | ۱۱۶        |
| ۶-۶ : آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۳٪ و به مدت ۳ دقیقه                     | ۱۱۷        |
| ۷-۶ : آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۳٪ و به مدت ۵ دقیقه                     | ۱۱۷        |

## فهرست نمودارها

| عنوان                                                                                 | شماره صفحه |
|---------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| ۸-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۳٪ و به مدت ۱۰ دقیقه  | ۱۱۸        |
| ۹-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۳٪ و به مدت ۱۵ دقیقه  | ۱۱۸        |
| ۱۰-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۳٪ و به مدت ۲۰ دقیقه | ۱۱۸        |
| ۱۱-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۳٪ و به مدت ۳۰ دقیقه | ۱۱۹        |
| ۱۲-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۵٪ و به مدت ۳ دقیقه  | ۱۱۹        |
| ۱۳-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۵٪ و به مدت ۵ دقیقه  | ۱۱۹        |
| ۱۴-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۵٪ و به مدت ۱۰ دقیقه | ۱۲۰        |
| ۱۵-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۵٪ و به مدت ۱۵ دقیقه | ۱۲۰        |
| ۱۶-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN آغشته شده در محلول پرمنگنات پتاسیم ۵٪ و به مدت ۲۰ دقیقه | ۱۲۰        |
| ۱۷-۶: آنالیز حرارتی الیاف PAN اولیه                                                   | ۱۲۱        |
| ۱۸-۶: مقایسه آنالیز حرارتی الیاف آغشته شده نامناسب و الیاف PAN اولیه                  | ۱۲۴        |
| ۱۹-۶: مقایسه آنالیز حرارتی الیاف آغشته شده مناسب و الیاف PAN اولیه                    | ۱۲۵        |

## فصل دوم

- ۱۷ ۱-۲ ( الف ) : ساختار مونومر اکریلونیتریل ( وینیل سیانید )
- ۱۷ ۱-۲ ( ب ) : ساختار پلی اکریلونیتریل
- ۲۳ ۲-۲ : نمای شماتیک از روش تر ریزی الیاف PAN به عنوان تولید پیش زمینه الیاف کربن
- ۲۴ ۳-۲ : ساختار دمبلی شکل

## فصل سوم

- ۳۵ ۱-۳ : نمای شماتیک از مرحله پایدارسازی حرارتی
- ۳۷ ۲-۳ : خط تولید پیوسته پایدار سازی الیاف PAN جهت بررسی تاثیر نسبت کشش بر تنش در مرحله پایدارسازی
- ۴۰ ۳-۳ : وقوع واکنش های مرحله پایدار سازی بطور شماتیک
- ۴۱ ۴-۳ : ساختار الیاف PAN پایدار شده
- ۴۱ ۵-۳ : ساختار الیاف PAN اکسید شده با ترکیب اکسیژن به صورت کتونی
- ۴۲ ۶-۳ : ساختار الیاف PAN اکسید شده با ترکیب اکسیژن با اتصالات اتری
- ۴۲ ۷-۳ : تبدیل ساختار الیاف PAN به ساختار های کتونیک و آروماتیک پس از اکسیداسیون
- ۴۳ ۸-۳ : واکنش هیدروژن زدایی الیاف PAN حلقوی و غیر حلقوی
- ۴۴ ۹-۳ : واکنش حلقوی سازی الیاف PAN
- ۶۷ ۱۰-۳ : نمای شماتیک از دستگاه مورد استفاده در فرآیند کربونیزاسیون با اعمال میدان مغناطیسی
- ۶۹ ۱۱-۳ : زاویه بین صفحه ها و محور الیاف
- ۷۱ ۱۲-۳ : نمای شماتیکی از روش الکتروشیمیایی در تولید الیاف کربن از PAN

## فصل چهارم

- ۸۱ ۱-۴ : بزرگترین تولید کنندگان الیاف کربن از الیاف PAN با در نظر نگرفتن کشورهای روسیه و چین

## فهرست شکل ها

شماره صفحه

عنوان

### فصل پنجم

- ۵-۱ : فیکسچر ساخته شده از استیل 316 L، جهت عملیات آهار زدایی و آغشته سازی الیاف PAN ۹۲
- ۵-۲ : قرارگیری فیکسچر ساخته شده جهت عملیات آهار زدایی و آغشته سازی در داخل بشر ۳۰۰۰ میلی لیتری ۹۲
- ۵-۳ : کوره پایدارسازی بکار رفته جهت آزمایشات پایدارسازی الیاف ۹۵
- ۵-۴ : فیکسچر اولیه جهت نگهداری الیاف در آزمایشات پایدارسازی ۹۶
- ۵-۵ : نحوه نگهداری الیاف از سقف کوره در آزمایشات پایدارسازی توسط قلاب ۹۶
- ۵-۶ : کوره بکار رفته جهت کربنیزاسیون الیاف ۹۷
- ۵-۷ : بوته سرامیکی جهت نگهداری الیاف در کوره کربنیزاسیون ۹۸
- ۵-۸ ( الف ) : درپوش ورودی الیاف، نحوه تزریق گاز ازت و ایجاد صفحه ای جهت نگهداری الیاف توسط گیره ۹۹
- ۵-۸ ( ب ) : درپوش خروجی الیاف، نحوه تزریق گاز ازت و تعبیه قرقره فلزی ۹۹

### فصل ششم

- ۶-۱ : واکنش پرمنگنات پتاسیم با الیاف PAN ۱۰۶
- ۶-۲ ( الف ) : ساختار شیمیایی الیاف PAN ۱۱۱
- ۶-۲ ( ب ) : ساختار شیمیایی حلال DMF ۱۱۱

## چکیده :

الیاف کربن، به الیافی اتلاق می گردد که حداقل شامل ۹۲٪ کربن و قطری معادل ۱۰-۶ میکرون و با آرایشی کاملاً جهت دار از اتم های کربن باشند. توسعه الیاف کربن از دهه شصت آغاز گردیده، بطوری که در حدود ۳۰ سال پیش تولید الیاف کربن در ژاپن به عنوان ماده ای جدید گسترش پیدا کرد. مزایای این الیاف شامل استحکام کشش و مدول الاستیک بالا، وزن مخصوص کم، پایداری حرارتی و ابعادی بالا و ... سبب شده است که امروزه الیاف کربن در صنایع مختلف از جمله صنایع هوا و فضا، حمل و نقل، پزشکی، ساختمان، ورزشی و ... مورد استفاده قرار می گیرد.

روش اصلی تولید الیاف کربن، پیرولیز ترکیبات آلی می باشد که از میان اینگونه ترکیبات، مناسب ترین ماده، الیاف پلی اکریلونیتریل می باشند.

الیاف پلی اکریلونیتریل، الیافی سفید رنگ و مشابه به ابریشم می باشند، این الیاف با فرمول مولکولی  $[C_3H_3N]_n$ ، از حداقل ۸۵٪ وزنی ماکرومولکول ها، واحدهای اکریلونیتریل تشکیل شده و دارای دانسیته ای تقریباً  $1/17 \text{ gr/cm}^3$  و ساختاری ملکولی شامل زنجیرهای بلند و آرایش یافته است.

اساس تکنولوژی تولید الیاف کربن از الیاف PAN، شامل سه مرحله اصلی، پایدارسازی حرارتی یا اکسیداسیون، کربنیزاسیون و عملیات حرارتی دمای بالا یا گرافیته کردن است. در مرحله پایدارسازی، ساختار الیاف بنحوی تغییر می یابد که زنجیر مولکولی ترموپلاستیک بواسطه واکنش های اکسیداسیون، حلقوی سازی و آب زدایی به پلیمر نردبانی غیر قابل ذوب تبدیل شده تا حین اعمال حرارت در مراحل بعدی ذوب نگردد. مرحله کربنیزاسیون منجر به حذف عناصر غیر کربنی موجود در ماکرومولکول اولیه الیاف PAN می گردد و مرحله گرافیتیزاسیون جهت بهبود خواص فیزیکی الیاف کربن تولیدی بکار برده می شود که کاربرد این مرحله در فرآیند تولید الیاف کربن، اختیاری است.

بهینه سازی بعد از ریسندگی نقش مهمی در افزایش خواص مکانیکی، دانسیته و ساختار الیاف PAN دارد. فرآیند های بهینه سازی در حین فرآیند پایدارسازی بر پارامترهای سینتیکی و حرارتی تاثیر گذاشته و مکانیزم نهایی را تغییر می دهند. منظور از بهینه سازی پس از ریسندگی، مجموعه عملیاتی است که روی الیاف PAN ریسیده شده اعمال می شود. یکی از روش های بهینه سازی، آغشته سازی الیاف PAN با محلول پرمنگنات پتاسیم است.

در این تحقیق الیاف پلی اکریلونیتریل با گرید ویژه را پس از آهار زدایی در دمای جوش به مدت سه ساعت، تحت عملیات آغشته سازی با محلول پرمنگنات پتاسیم با غلظت های ۱، ۳ و ۵٪ و تحت زمان های متفاوت از ۳ تا ۶۰ دقیقه قرار داده و خصوصیات الیاف را همچون دانسیته، دانسیته خطی، استحکام، میزان جذب پرمنگنات پتاسیم و ... مورد بررسی

و مناسبترین نمونه های عبارت بودند از الیاف آغشته شده در محلول ۵٪ به مدت ۱۰ دقیقه و الیاف آغشته شده در محلول ۳٪ به مدت ۲۰ دقیقه که این نمونه ها، تحت فرآیند پایدار سازی، قرار گرفته شدند.

در فرآیند پایدارسازی پارامترهای دما، زمان و کشش تغییر یافته تا به بهترین خواص الیاف پایدار شده برسیم و سپس الیاف را تحت فرآیند کربنیزاسیون کربنیزه کرده و خواص الیاف منتخب را با خواص الیاف کربنیزه شده اولیه مقایسه کرده که استحکام کششی اینگونه الیاف با افزایشی معادل ۱۶-۱۲٪ همراه بوده است. ضمناً مدول الیاف آغشته شده دچار کاهش در حدود ۱۱-۱۰٪ شده است.

میزان ازدیاد طول تا حد پارگی از ۱/۹٪ برای الیاف خام به ۲/۵۵-۲/۵۳٪ برای الیاف آغشته شده رسیده است که افزایشی در حدود ۳۳-۳۴٪ در میزان ازدیاد طول تا حد پارگی الیاف آغشته شده مشاهده می گردد.