

Д-р філософії О. П. Роменська, канд. техн. наук І. І. Деревянко, П. О. Галаган

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНЕ ВІДПРАЦЮВАННЯ ТЕХНОЛОГІЇ ПІРОЛІЗУ ПІД ЧАС РОЗМОТУВАННЯ ВУГЛЕКОМПОЗИТУ ДЛЯ ПОВТОРНОГО ВИКОРИСТАННЯ НАПОВНЮВАЧА

Вуглекомполіти широко застосовують у різних деталях сучасної техніки. Їх значне поширення призводить до накопичення відходів з них. Актуальним завданням сьогодення є розроблення методів утилізації вуглекомполітів і створення технологій їх повторного використання. Для повторного використання наповнювача необхідно його відділити від вуглекомполіту. Важливо отримати неперервний наповнювач з метою максимальної реалізації його первинних властивостей. У процесі відділення першочерговим завданням є розплавлення полімерної матриці – термопластичної або термореактивної смоли. Для вирішення такого завдання застосовують різні методи, наприклад, методи механічного відновлення, метод відновлення розчинником, метод рекуперації тепла тощо.

Описано процес відділення вуглецевого джгута шляхом піролізу вуглекомполіту на прикладі трубчастої конструкції, виготовленої методом «мокрого» намотування вуглецевого волокна типу Т800, просоченого епоксидною матрицею. Для піролізу мотаного вуглепластику під час експериментального відпрацювання використовували температурні режими від 350 до 850 °С. У результаті двадцятихвилинного впливу тепла відділено неперервний вуглецевий джгут. З метою оцінення його властивостей, а також порівняння їх із характеристиками вуглецевого джгута у стані поставки проведено випробування на міцність, визначено втрату ваги та досліджено мікроструктуру. У результаті порівняння властивостей встановлено зменшення міцності вуглецевого джгута після використання в конструкції і піролізу в чотири рази, зменшення ваги – у два рази. Мікроструктурний аналіз показав наявність мікропор у вуглецевому джгуті після піролізу, що узгоджується зі зниженням його міцності та втратою ваги.

Підтверджено можливість розмотування вуглекомполіту за допомогою методу високотемпературного термічного розкладання – піролізу і відділення неперервного вуглецевого джгута.

Ключові слова: вуглекомполіт, повторне використання, піроліз, міцність джгута, мікроструктура.

Carbon composites are widely used in various components of modern technology, leading to an increasing accumulation of composite waste. An urgent challenge is the development of methods for recycling carbon composites and enabling the reuse of their constituent fillers. In order to reuse the filler, it must be separated from the matrix while maintaining its continuous structure to preserve its original properties as much as possible.

The primary task during separation is melting the polymer matrix—either a thermoplastic or thermosetting resin. Various methods are available to address this challenge, including mechanical recycling, solvent-based recovery, and thermal recovery methods.

This study describes the process of separating a carbon tow via pyrolysis, using as an example a tubular structure manufactured through wet winding of T800-type carbon fiber impregnated with epoxy resin. During the experimental evaluation, the pyrolysis of the wound composite was conducted at temperatures ranging from 350°C to 850°C. A continuous carbon tow was successfully extracted after 20 minutes of thermal exposure.

To assess the properties of the recovered tow and compare them with those of the as-delivered tow, strength tests, weight loss measurements, and microstructural analysis were carried out. The results showed a fourfold reduction in the tensile strength and a twofold decrease in mass after pyrolysis. Microstructural examination revealed the presence of micropores in the recovered tow, correlating with the observed degradation in strength and mass loss.

The study confirms the feasibility of unwinding carbon composites via high-temperature thermal decomposition (pyrolysis) and successfully recovering a continuous carbon tow.

Keywords: carbon composite, reuse, pyrolysis, tow strength, microstructure.

Вступ

Відомо, що композити на основі вуглецевих наповнювачів – вуглекомполити – характеризуються найвищими питомими міцнісними характеристиками з усіх відомих матеріалів завдяки низькій щільності та високій міцності [1–2]. Із вуглекомполитів виготовляють паливні баки, обтічники, міжступеневі відсіки, фюзеляжі й інші деталі, більшість яких має циліндричну або конічну форму. Найбільш поширеною технологією виготовлення таких виробів є намотування вуглецевої тканини або вуглецевого волокна, просочених сполучним [3].

Варто зазначити, що деталі ракетно-космічної техніки в штатному виконанні є одноразовими та руйнуються в кінці робочого циклу, тому не повертаються на Землю, і проблеми їх утилізації або повторного використання не існує. У той же час залишається велика кількість макетів і дослідних конструкцій після наземного експериментального відпрацювання. Вони мають великі габаритні розміри (до 5 000 мм у діаметрі та 100 000 мм завдовжки), і їх утилізація дорого коштує.

Таким чином неабиякий інтерес становить розроблення технології не тільки утилізації вуглекомполитів, а й повторного використання під час виготовлення інших конструкцій. Це дасть змогу очистити і захистити навколишнє середовище від покладів пластику, який накопичився за довгі десятиліття існування.

Для повторного використання наповнювача необхідно його відділити від вуглекомполиту. Важливо отримати неперервний наповнювач з метою максимальної реалізації його первинних властивостей. У процесі відділення першочерговим завданням є розплавлення полімерної матриці – термопластичної або термореактивної смоли.

У роботі [4] розглянуто перероблення відходів вуглекомполитів методами механічного відновлення, відновлення розчинником і методом рекуперації тепла. Метод механічного відновлення полягає у прокатуванні та подрібненні вуглекомполиту під дією механічної сили, в результаті чого вугленаповнювач видаляється із смоли.

Перевагою цього методу є простота процесу та низька собівартість, але механічний вплив не дає змоги зберегти неперервну структуру наповнювача. Метод відновлення розчинником полягає в розчиненні матриці вуглекомполиту під дією нормального або високого тиску. Як розчинники зазвичай використовують азотну кислоту й ізопропіловий спирт. Відділене таким методом волокно зберігає початкову довжину. Проте варто зазначити, що час розчинення матриці тривалий, і виникає потреба у спеціальній утилізації відходів розчинника. Метод рекуперації тепла полягає в розкладанні смоли на дрібномолекулярні сполуки під дією теплової енергії. У промисловості застосовують різні методи рекуперації тепла, такі як метод високотемпературного термічного розкладання, термічного розкладання в киплячому шарі і мікрохвильового термічного розкладання. Останні два методи потребують спеціального обладнання, а з огляду на великі габаритні розміри деталей ракетно-космічної техніки, його проєктування матиме високу вартість.

Тому найбільш придатним для «розмотування» вуглекомполитів на основі неперервного вуглецевого волокна є метод високотемпературного термічного розкладання – піроліз [5]. Особливість застосування цього методу для вуглекомполитів полягає в тому, що матеріал необхідно піддати температурі деструкції полімерної матриці, яка значно нижча, ніж температура наповнювача, і становить від 150 до 250 °C залежно від типу смоли [6].

Найпоширенішою комбінацією матеріалів для виготовлення ракетно-космічної техніки є поєднання вуглецевого волокна й епоксидної смоли. У роботі [7] подано результати експериментального дослідження властивостей епоксидної смоли під час досягнення і перевищення температури склування та встановлено, що її деструкція починається за температури більше ніж 135 °C.

Опис об'єкта відпрацювання

Зважаючи на літературні джерела і досвід застосування вуглекомполитів у ракетно-космічній техніці, для піролізу мотаного

вуглепластику на основі вуглецевого волокна типу T800 (Tenax®-E IMS65 E23 24K 830tex) [7] і трикомпонентної епоксидної системи гарячого затвердіння, виготовленої з епоксидної смоли Araldite LY 1135-1A, затверджувача Aradur 917 CH і прискорювача Accelerator 960-1 [8], під час експериментального відпрацювання використовували температурні режими від 350 до 850 °С.

Як об'єкт відпрацювання технології піролізу під час розмотування вуглекомпозиту для повторного використання наповнювача застосовували трубчасту конструкцію ферми космічного апарата з мотаного вуглекомпозиту (рис. 1).



Рис. 1. Трубчаста конструкція ферми космічного апарата

Методологія піролізу

Суть методу полягає в такому: вуглепластикову трубу вміщують у спеціальний герметично закритий металевий резервуар (реактор).

Відомо, що під час піролізу виділяються різні гази та рідкі органічні сполуки. З метою відведення продуктів згоряння епоксидної смоли до резервуара під'єднують вакуумні шланги та прозору посудину з дистильованою водою.

Резервуар встановлюють у піч, яка поступово підігрівається до температури 850 °С. Початок процесу деструкції

матриці фіксують за появою бульбашок у посудині з водою. У середині процесу піролізу спостерігалася велика інтенсивність виділення пузирчиків газу. Тривалість процесу розкладання вуглекомпозиту й відділення від нього вуглецевого волокна становила близько 20 хв. Після цього піч вимикається. Резервуар перебував у печі до повного її охолодження.

Після охолодження печі і демонтажу дослідного устаткування з неї було виконано процес розгерметизації металевого резервуара.

Важливо відзначити, що в результаті експериментального відпрацювання накопичилася певна кількість дистильованої води з продуктами термічної реакції, і постало питання щодо її утилізації. З метою оцінення забрудненості води її перевіряли за органолептичними показниками та лакмусовим пробником. За кольором, запахом і прозорістю вода після випробування не відрізнялася від початкової, а колір лакмусового пробника змінився з білого на жовтуватий, що відповідає рН 7. Згідно зі стандартом значення рН води господарсько-побутового призначення повинно бути в межах 6,5 ... 8,5 [9]. Таким чином, вода з продуктами реакції піролізу не завдає шкоди навколишньому середовищу та здоров'ю людей і може бути утилізована стандартними способами.

Результати відпрацювання

Після завершення процесу піролізу видається можливим розмотати намотану конструкцію. Отримане неперервне вуглецеве волокно (джгут) подано на рис. 2.

На вигляд отримане волокно відрізняється від вихідного, але критерієм його якості було визначення міцності під час розтягування. Для міцнісних випробувань було виготовлено по п'ять зразків вихідного (рис. 3, а) та розмотаного із трубчастої конструкції (рис. 3, в) вуглецевого джгута. Випробування проводили за кімнатної температури на універсальній випробувальній машині Tira Test 2 300 (рис. 4).

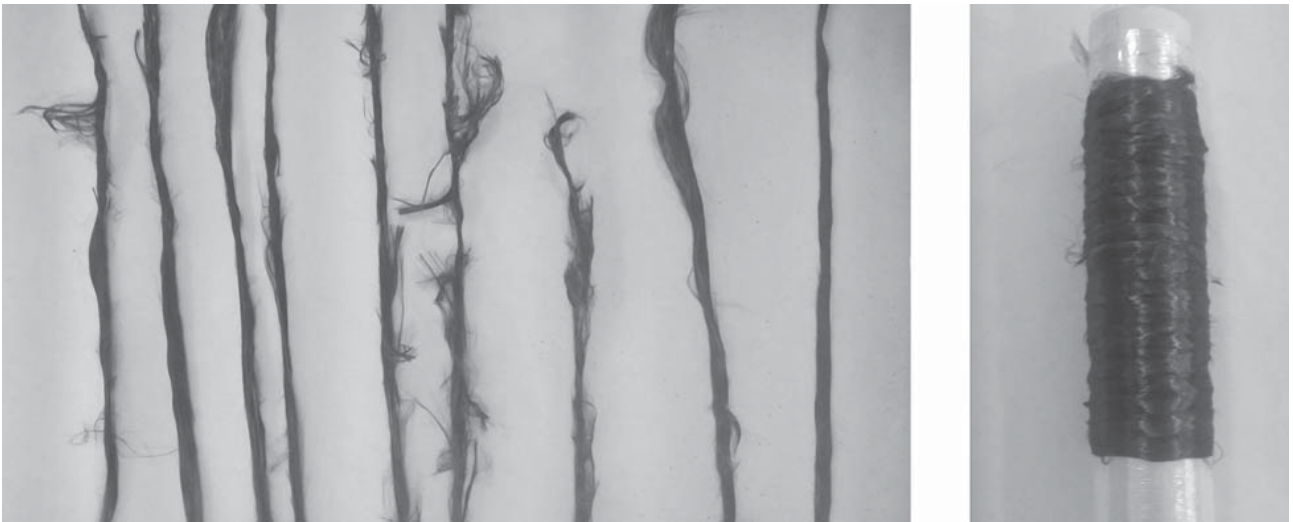


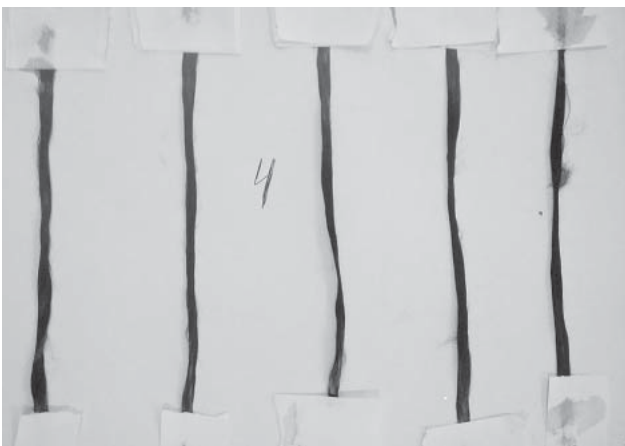
Рис. 2. Неперервне вуглецеве волокно, отримане після розмотування вуглекомпозиту



а



б

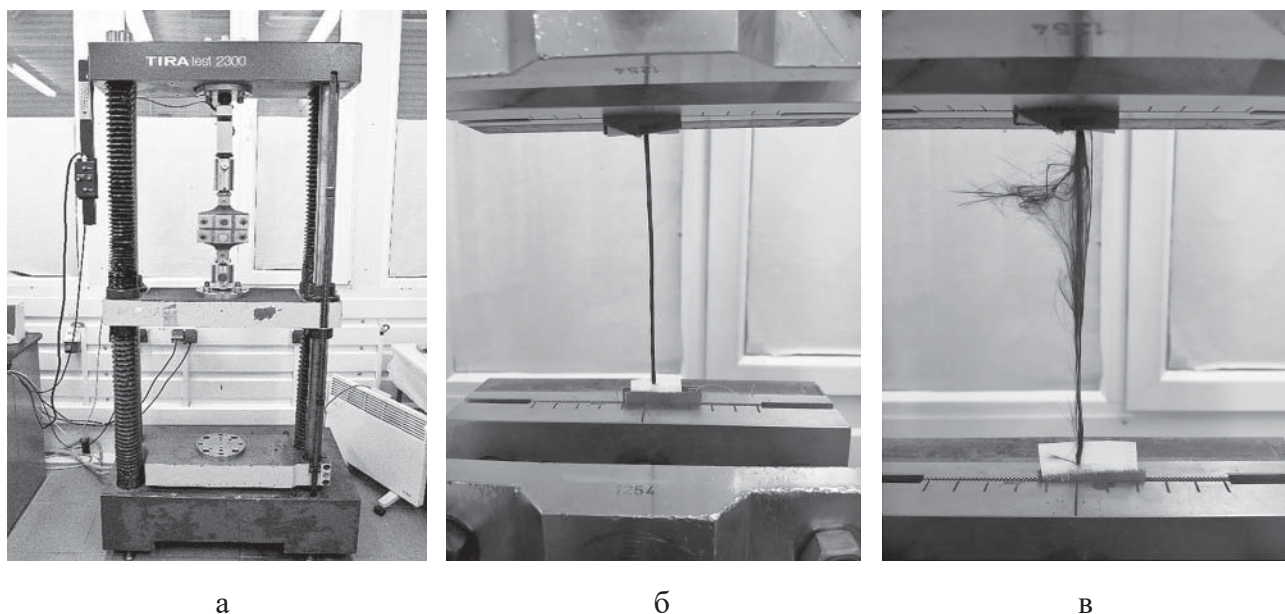


в



г

Рис. 3. Зразки вуглецевого джгута:
а – вихідний до випробування; б – вихідний після випробування;
в – розмотаний із трубчастої конструкції до випробування;
г – розмотаний із трубчастої конструкції після випробування



а

б

в

Рис. 4. Випробування на міцність на універсальній машині Tira Test 2300:

а – загальний вигляд обладнання; б – розмотаний із трубчастої конструкції зразок вуглецевого джгута до випробування; в – розмотаний із трубчастої конструкції зразок вуглецевого джгута після випробування

Отримані результати визначення міцності під час розтягування вихідного та розмотаного із трубчастої конструкції вуглецевого джгута подано в таблиці.

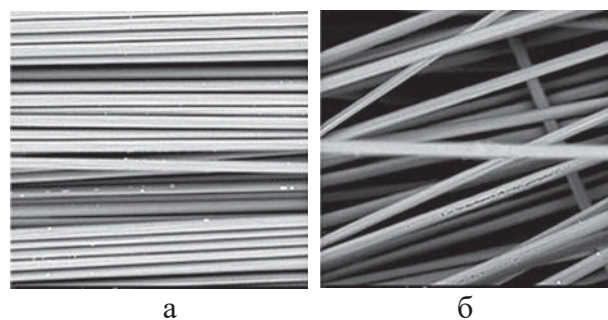
Результати визначення міцності вуглецевого джгута

Найменування зразка	Порядковий номер	Руйнівне навантаження, Н
Вихідний	1	952,73
	2	743,31
	3	786,18
	4	971,87
	5	903,34
	Середнє значення	871,49
Розмотаний із трубчастої конструкції	1	210,75
	2	207,12
	3	167,88
	4	227,61
	5	246,36
	Середнє значення	211,94

Із таблиці видно, що міцність вуглецевого джгута, отриманого із розмотаної трубчастої конструкції, у чотири рази нижча за міцність вихідного матеріалу. З метою оцінення втрати ваги за рахунок випаровування аперету та

перемоток зважено 1 пог. м джгутів. Вага вихідного волокна становила 0,8397 г, а розмотаного – у два рази менше – 0,4231 г.

Для отримання інформації про структуру волокон після піролізу проведено мікроструктурний аналіз його поверхні. Дослідження виконано на електронному мікроскопі Phenom pro із 45 000-кратним збільшенням. Мікроструктуру вуглецевих джгутів, вихідного і розмотаного із трубчастої конструкції (після піролізу), наведено на рис. 5.



а

б

Рис. 5. Мікроструктура вуглецевих джгутів: а – вихідного; б – розмотаного із трубчастої конструкції

У результаті мікроструктурного аналізу спостережено наявність мікропор у вуглецевому джгуті після піролізу, що узгоджується зі зниженням міцності волокна.

Висновки

У ході роботи підтверджено можливість розмотування вуглекомпозиту за допомогою методу високотемпературного термічного розкладання – піролізу і відділення неперервного вуглецевого джгута. Показано, що характеристики такого матеріалу нижче за вихідні, але отримане волокно можна застосовувати в менш відповідальних виробках ракетно-космічної техніки (внутрішні трубопроводи, плати, панелі керування тощо) та в інших сферах життєдіяльності, у яких отриманого показника міцності достатньо (спортивний інвентар, ненавантажені частини деталей суднобудівельної промисловості, медичні вироби тощо). Варто відзначити, що вплив на міцність вуглецевого наповнювача справляє апрет, який у результаті піролізу був випарений із поверхневого шару матеріалу. Тому прогнозовано під час відновлення апрету міцність матеріалу покращиться.

Список використаної літератури

1. Властивості вуглецевого волокна. Дата оновлення: 06.12.2024. URL: <https://jinsuncarbon.com> (дата звернення: 21.04.2025).
2. Ramesh M., Rajeshkumar L., Srinivasan N., Kumar D. and Balaji D. Influence of filler material on properties of fiber-reinforced polymer composites: A review. *e-Polymers*. 2022. Vol. 22, № 1. P. 898–916.
3. Bondarenko O. & Tkachov Y. (2024). Improving the mass perfection of composite cylindrical shells of rocket fuel tanks. *System Design and Analysis of Aerospace Technique Characteristics*. 2024. Vol. 34, № 1. P. 38–48. <https://doi.org/10.15421/472404>.
4. Поточна ситуація переробки та утилізації композитів з вуглецевого волокна. Дата оновлення: 25.11.2022. URL: <http://m.ua.lftlgf.com/info/material-recycle-81943533.html> (дата звернення: 01.03.2025).
5. Pascoe R. D. Sorting of waste plastics for recycling. *Rapra review reports*. 2000, Vol. 11, № 4, 108 p.
6. Bibinger J., Eibl S. & Gudlant Hj. Influence of Low and Extreme Heat Fluxes on Thermal Degradation of Carbon Fibre-reinforced Polymer. *Applied Composite Materials*. 2022. Vol. 29, P. 1817-1840. <https://doi.org/10.1007/s10443-022-10043-2>.
7. Дроздов О. В., Волков Ю. М., Гусарова І. О., Потапов О. М., Самусенко О. А. Вплив температури на механічні властивості односпрямованого вуглепластика у поздовжньому та трансверсальному напрямках. *Strenght of Materials*. 2021. № 5. P. 41-48. DOI: 10.1007/s11223-021-00337-4.
8. Teijin Carbon. Дата оновлення: 04.03.2025. URL: https://www.teijincarbon.com/fileadmin/PDF/Datenbl%C3%A4tter_en/Product_Data_Sheet_TSG01en_EU_Filament_.pdf (дата звернення: 21.04.2025).
9. Antala specialty chemicals. Дата оновлення: 14.02.2025. URL: https://www.antala.uk/wp-content/uploads/2018/12/Composite-resin-systems_2-page-view_03042018-1.pdf (дата звернення: 04.03.2025).
10. Вороняк В. В., Козенко О. В., Двилюк І. В. Методи дослідження якості води та охорона джерел водопостачання: навчально-методичний посіб. Львів. ЛНУВМБ імені С. Х. Гжицького, 2020. 176 с.

Стаття надійшла 10.07.2025