

(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2011 00628

(22) Data de depozit: 01.07.2011

(41) Data publicării cererii:
30.11.2011 BOPI nr. 11/2011

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE
AEROSPAȚIALĂ "ELIE CARAFOLI" -
INCAS, BD. IULIU MANIU NR. 220,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• DINCĂ ION, STR. BABA NOVAC NR. 22,
BL. 24C, AP. 50, SECTOR 3, BUCUREȘTI,
B, RO;
• MANOLIU VICTOR, BD. ION MIHALACHE
NR.42-52, BL.35, SC.D, ET.4, AP.132,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;

• IONESCU GHEORGHE, STR. BĂICULEȘTI
NR.13, BL.B9, SC.D, ET.3, AP.136,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• STAN ANA, BD. IULIU MANIU NR. 73,
BL. 3, SC. 2, AP. 84, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• ȘTEFAN ADRIANA,
STR. GHEORGHE PETRASCU NR. 10,
BL. B7, SC. 3, AP. 86, ET.1, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
• BAN CRISTINA ELISABETA,
STR. RENULUI NR. 3, BL. 49D, SC. C,
ET. 6, AP. 141, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B,
RO;
• ILINA SORINA, ȘOS. BERCENI NR. 41,
BL. 108, SC. 3, ET. 4, AP. 82, SECTOR 4,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) TEHNOLOGIE PENTRU REALIZAREA FIBREI DE CARBON
DIN PAN ȘI INSTALAȚIE MONOCABLU DE LABORATOR
PENTRU REALIZAREA TEHNOLOGIEI

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o tehnologie pentru realizarea fibrei de carbon din PAN și instalație monocablu de laborator. Tehnologia conform invenției constă în stabilizare termică, precarbonizare și carbonizare, termostabilizarea realizându-se în trei trepte, de 200°, 220° și 255°, iar precarbonizarea se realizează într-un cuptor tubular, cu variația liniară a temperaturii în domeniul 400... 900°C, în mediu inert, carbonizarea realizându-se într-un cuptor tubular cu variație parabolică a temperaturii între 600... 1500°C, în mediul inert. Instalația conform invenției, pentru realizarea tehnologiei, este alcătuită dintr-un dispozitiv (A) tensometric pentru măsurarea tensiunii cablului PAN, 3 etuve (14, 15, 16) pentru termostabilizare, un cuptor (C) tubular, pentru precarbonizarea cablului PAN termostabilizat, și un cuptor (D) tubular, pentru carbonizarea cablului precarbonizat, în sine cunoscute, iar dispozitivul pentru măsurarea tensiunii din cablu este format dintr-o traversă (1) n orizontală, cu două tije (2) verticale fixe și o tijă (3) verticală culisantă, care apasă pe o lamelă (4) elastică din oțel, având, pe ambele fețe, mărci tensometrice racordate la un

tensometru (7) cuplat cu un înregistrator (8), cele 3 tije (1, 2 și 3) fiind prevăzute, la partea lor inferioară, cu câte o rolă (9) de trecere a cablului.

Revendicări: 5
Figuri: 5

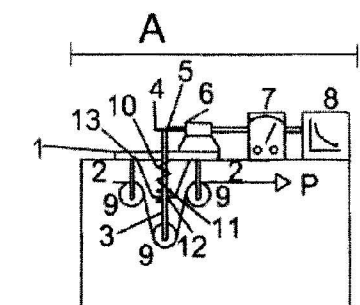


Fig. 2



Tehnologie pentru realizarea fibrei de carbon din PAN si instalatie monocablu de laborator pentru realizarea tehnologiei

| |
|--|
| OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MARCI |
| Cerere de brevet de invenție |
| Nr. ^a 2011 OC 628 |
| Data depozit 01-07-2011 |

Inventia se referă la un procedeu pentru obtinerea fibrei de carbon de rezistență mecanică si modul de elasticitate ridicate, din precursor PAN si la instalatia monocablu de laborator pentru realizarea tehnologiei.

Se cunoaste o tehnologie de obtinere a fibrei de carbon din filamente de poliacrilonitril care constă in încălzirea filamentelor de PAN intre 160°C si 190°C sub tensiune, in atmosferă oxidantă, timp de ¼-5 h, încălzirea ulterioară in aer sub tensiune intre 200 si 300°C a filamentelor PAN pentru termostabilizare si carbonizarea ulterioară in mediu inert la o temperatură de cel putin 1000°C.

Se cunoaste, de asemenea, un procedeu de obtinere a fibrei de carbon din PAN, care constă in încălzirea filamentelor de PAN in aer, fără tensionare, in trei trepte successive (200°C timp de 2h, 220°C timp de 2h si jumătate) carbonizarea ulterioară in mediu inert intre 700...1500°C.

Mai este cunoscut un procedeu de obtinere a fibrei de carbon din PAN pentru termostabilizare, intre 200 si 400 °C, in atmosferă dehidrogenată compusă din amestec de acid clorhidric si oxid de azot, carbonizarea ulterioară până la 600°C in atmosfera oxidantă acidă si carbonizarea ulterioară in mediu inert.

Acest procedeu este nociv si scump.

Celelalte 2 procedee sunt de lungă durată, neeconomice, si nu prezintă parametrii regimurilor de lucru si, de asemenea nu precizează calitatea fibrei de carbon obtinută.

Problema pe care o rezolvă inventia este stabilirea parametrilor de desfășurare a fazelor tehnologiei, a elementelor constructive ale instalatiei si dispunerea acestora astfel încât să se asigure economicitatea tehnologiei si garantia unei fibre calitativ superioară.

Tehnologia pentru obtinerea fibrei de carbon din PAN conform inventiei inlătură inconvenientele mentionate prin ceea că filamentele de PAN se supun termostabilizării in aer in 3 trepte la temperaturile de 200°C, de 220°C si de 255°C, cu tensionarea filamentelor in prima etapă la valori ale tensiunii cuprinse intre 0.115...0.125 g/dtex, durata totala a încălzirii fiind de 2h si 20 min, urmată de precarbonizarea PAN termooxidat intr-un cuptor tubular, in

mediu inert cu variația liniară a temperaturii între 400 și 900°C, durata fiind de o oră și carbonizarea ulterioară la 1500°C în mediu inert, într-un cuptor tubular cu variația parabolică a temperaturii de la 600 la 1500°C, durata carbonizării fiind de 20 minute.

Instalația pentru realizarea tehnologiei este constituită dintr-un dispozitiv tensometric de măsurarea a tensiunii din cablul PAN, format dintr-o traversă orizontală cu 2 tije verticale fixe și o tijă verticală culisantă, care apasă pe o lamella elastică din oțel, având pe ambele fețe mărci tensometrice racordate la un tensometru cuplat cu un registrator, cele 3 tije fiind prevăzute la partea lor inferioară cu câte o rolă de trecere a cablului, a cărui tensiune se transformă în apăsare pe lamella elastică cu mărci tensometrice prin tija culisantă, permitând măsurarea tensiunii din cablul PAN și reglarea acesteia prin variația corespunzătoare a vitezei grupurilor de tractiune montate înainte și după prima etuvă de termostabilizare, 3 etuve pentru termostabilizarea PAN-ului, un cuptor de precarbonizare a PAN-ului termostabilizat și un cuptor de carbonizare.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- Reducerea consumului energetic;
- Creșterea productivității;
- Valorificarea superioară a materiei prime

Se dau, în continuare exemple de realizare a invenției în legătură cu fig 1...5 care reprezintă:

- fig 1, schema de ansamblu a instalației pentru obținerea fibrei de carbon din PAN
- fig 2, vedere laterală cu secțiune parțială prin dispozitivul de măsurare a tensiunii din cablu
- fig 3, vedere laterală a celor 3 etuve de termostabilizare
- fig 4, vedere laterală a cuptorului de carbonizare a cablului termostabilizat
- fig 5, vedere laterală a cuptorului de carbonizare

Exemplul 1. Instalația pentru obținerea fibrei de carbon conform invenției este constituită dintr-un dispozitiv tensometric **A**, de măsurare a tensiunii din cablu, un grup **B**, de 3 etuve pentru termostabilizarea cablului PAN, un cuptor **C** pentru precarbonizare și un cuptor **D** pentru carbonizare.

Dispozitivul tensometric de măsurare și reglare a tensiunii din cablul **A** constă dintr-o traversă **1** cu 2 tije verticale, fixe **2** și o tijă verticală culisantă **3**, care apasă pe o lama elastică **4** prevăzută cu 2 mărci tensometrice **5**, care printr-un dispozitiv **6**, sunt racordate la un tensometru **7** cuplat cu un registrator **8**. cele 3 tije sunt prevăzute la partea inferioară, cu role cu canal **9** pentru trecerea cablului PAN.

Cu ajutorul resortului **10**, al saibelor de fixare **11** și **12** și al tijelor de ghidare **13** se reglează dispozitivul astfel ca la tracțiunea **P** în cablu de 0.12...0.15 g/dtex, forța **N** să producă deformarea lamei elastice în domeniul limitei de proportionalitate.

Grupul **B** de etuve pentru termostabilizarea PAN-ului constă din 3 etuve consecutive **14**, **15**, **16**, temperatura în prima fiind de $200^{\circ}\text{C} \pm 2.5^{\circ}\text{C}$, în a doua $220^{\circ}\text{C} \pm 2.5^{\circ}\text{C}$, iar în cea de a treia de $250^{\circ}\text{C} \pm 2.5^{\circ}\text{C}$.

Grupul **C** de precarbonizare este un cuptor tubular, cu teava de oțel refractar **17**, încălzit electric cu variația liniară a temperaturii de la 400°C la 900°C , prin intermediul a 6 rezistente electrice comandate de reglatoarele **18** și având în interiorul teavii de oțel mediu inert, obținut prin alimentarea din exterior cu suprapresiune, prin capetele de alimentare **19** și teava de evacuare **20** a gazelor.

Grupul de carbonizare **D** este un cuptor tubular cu un resistor de grafit **21** care servește în același timp și ca teavă de trecere a cablului ce urmează a fi carbonizat, având în interior mediu inert realizat prin alimentarea cu argon prin capetele de alimentare ale cuptorului **22** și teava de evacuare **23**.

Pentru obținerea fibrei de carbon, bobina cu PAN "Courtaulds" având caracteristicile: finete 1.2 dtex, densitatea 1200 kg/m^3 , număr de filamente $K = 6000$, diametrul filamentelor de $12 \mu\text{m}$, este montată pe un dispozitiv **24** de montare și desfacere a bobinei, firul fiind trecut prin grupurile de tracțiune **25**, **26**, **27** cu motoarele electrice **M1**, **M2**, **M3**, peste rolele dispozitivului de măsurare a tensiunii din cablu, intră în prima etuvă, unde este încălzit la 200°C , apoi în etuva a doua unde este încălzit la 220°C și apoi în etuva a treia unde este încălzit la 255°C , timpul total fiind de 2 h și 20 min, egal repartizat pe fiecare etuvă, cablul termostabilizat fiind înfășurat pe o bobină.

Tensionarea cablului se face numai în prima etuvă prin varierea turatiei motoarelor **M1** și **M2** ale grupurilor de tracțiune montate la intrarea și la ieșirea din teava astfel încât dispozitivul tensometric să indice valorile de 0.12.... 0.15 g/dtex.

Cablul termostabilizat este trecut de pe un dispozitiv **28**, de înfășurare, pe un dispozitiv de desfășurare **29**, este tractat de un grup de tracțiune **30**, parcurge cuptorul de

precarbonizare **C**, cu variația liniară a temperaturii de la 400°C la 900°C și mediu inert, durata de încălzire fiind de o oră și apoi parcurge cuptorul de carbonizare **D** cu mediu inert și variația parabolică a temperaturii de la 600 la 1500°C, durata de încălzire fiind de 20 min, produsul rezultat fiind fibra de carbon.

Fibra de carbon astfel obținută are caracteristici mecanice: $\sigma = 32000 \text{ daN/cm}^2$, $E = 2400000 \text{ daN/cm}^2$ și servește pentru armarea rășinilor și obținerea de compozite de fibră de carbon.

Exemplul 2. Pe instalația descrisă în Exemplu 1, cablul din PAN "Courtaulds" având caracteristicile prezentate în Exemplul 1 a fost trecut în ordine prin dispozitivul de măsurare a tensiunii prin 3 etuve consecutive încălzite la 200°C $\pm 2^\circ\text{C}$; 220°C $\pm 2^\circ\text{C}$, 255°C $\pm 2^\circ\text{C}$, cu tensionarea 0.125... 0.15 g/dtex a cablului în prima etuvă, precarbonizarea ca în exemplul 1 și carbonizarea la 2500°C.

Fibra de carbon rezultată a avut caracteristicile $\sigma = 25000 \text{ daN/cm}^2$, $E = 3000000 \text{ daN/cm}^2$.

S-a obținut astfel fibra de carbon de modul ridicat și rezistență moderată sau fibră de carbon grafitizată.

Revendicări

1. Tehnologie pentru obtinerea fibrei de carbon, constând in stabilizarea termică, precarbonizare si carbonizare, **caracterizată prin aceea că** termostabilizarea se realizează in 3 trepte, precarbonizarea se realizează intr-un cuptor tubular cu variatia liniară a temperaturii in domeniul 400... 900°C in mediu inert si carbonizarea se realizează intr-un cuptor tubular cu variatie parabolică a temperaturii intre 600... 1500°C in mediul inert.

2. Tehnologie pentru obtinerea fibrei de carbon conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** cele 3 trepte de temperatură sunt de 200°C, 220°C si 255°C.

3. Tehnologie de obtinere a fibrei de carbon conform revedincării 2, **caracterizată prin aceea că** tensionarea cablului PAN intre treapta 1 si treapta 2 este 0.125... 0.15 g/dtex.

4. Instalatiei pentru realizarea tehnologiei, conform revedincărilor 1, 2, 3 **caracterizată prin aceea că** este consituită dintr-un dispozitiv tensometric A pentru măsurarea tensiunii cablului PAN, 3 etuve 14, 15, 16 pentru termostabilizare, un cuptor tubular C pentru precarbonizarea cablului PAN termostabilizat si un cuptor tubular D pentru carbonizarea cablului precarbonizat, in sine cunoscute.

5. Instalatie conform revedincării 4, **caracterizată prin aceea că** dispozitivul pentru măsurarea tensiunii din cablu este format dintr-o traversa orizontala 1, cu 2 tije verticale fixe 2, si o tije verticală culisanta 3 care apasă pe o lamelă elastica 4 din otel, având pe ambele fete mărci tensometrice racordate la un tensometru 7, cuplat cu un inregistrator 8, cele 3 tije fiind prevăzute la partea lor inferioară cu câte o rolă de trecere a cablului 9.

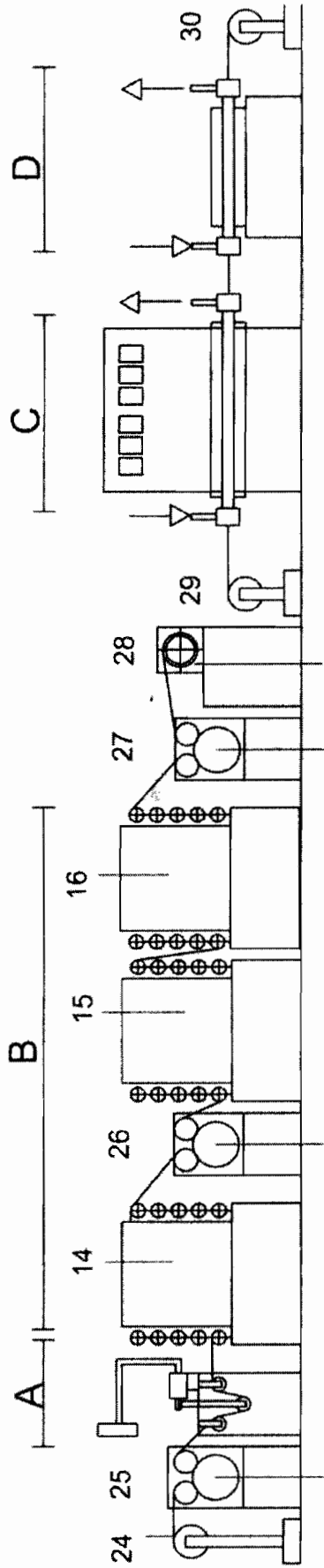


Fig. 1

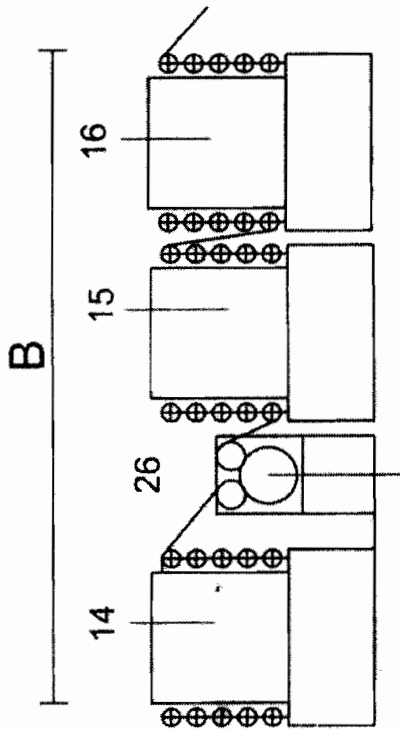


Fig.3

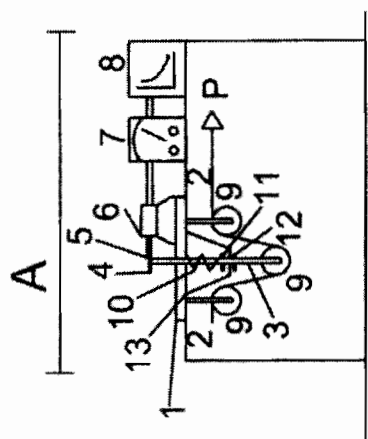


Fig.2.

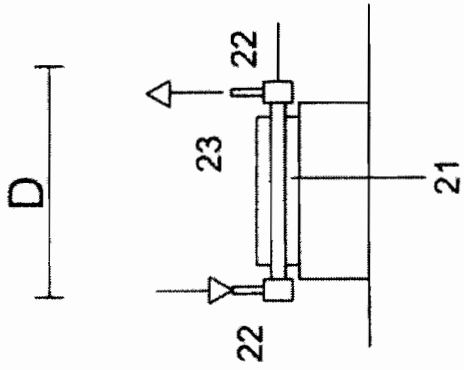


Fig. 5

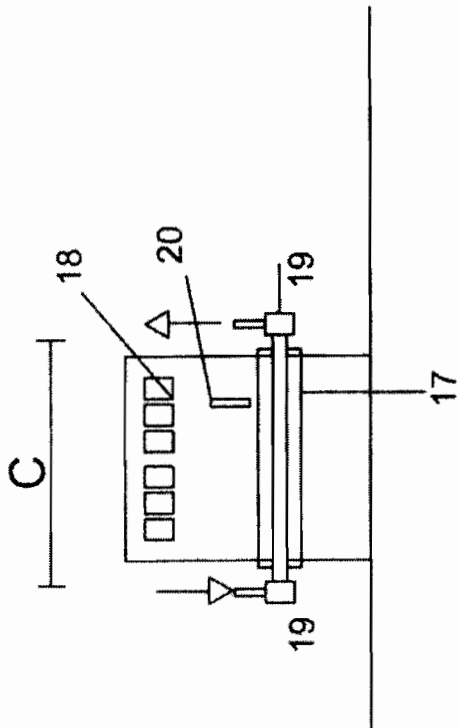


Fig. 4.