



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 00628**

(22) Data de depozit: **01.07.2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.08.2013** BOPI nr. **8/2013**

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

(73) Titular:

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

(72) Inventatori:

• **DINCĂ ION, STR.BABA NOVAC NR.22,  
BL.24 C, 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.B 9, 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 PETRAȘCU NR.10, BL.B  
7, SC.3, ET.1, AP.86, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **BAN CRISTINA-ELISABETA,  
STR.RENULUI NR.3, BL.49 D, 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**

(56) Documente din stadiul tehnicii:

**JP 63264919 (A); CN 1840751 A;  
CN 101260575 A; JP 2007023457 (A)**

(54) **PROCEDEU ȘI INSTALAȚIE DE OBȚINERE A  
UNEI FIBRE DE CARBON**



# RO 126850 B1

1           Invenția se referă la un procedeu pentru obținerea fibrei de carbon cu rezistență  
mecanică și modul de elasticitate ridicate, din precursor de poliacrilonitril (PAN), și la o instala-  
3           ție monocablu de laborator, pentru aplicarea procedeeului.

          Se cunoaște o tehnologie de obținere a fibrei de carbon din filamente de poliacrilo-  
5           nitril, care constă în încălzirea filamentelor de PAN între 160 și 190°C, sub tensiune, în  
atmosferă oxidantă, timp de  $\frac{1}{4} \div 5$  h, încălzirea ulterioară în aer sub tensiune între 200 și 300  
7           a filamentelor PAN, pentru termostabilizare și carbonizarea ulterioară în mediu inert, la o  
temperatură de cel puțin 1000°C.

9           Se cunoaște, de asemenea, un procedeu de obținere a fibrei de carbon din PAN,  
care constă în încălzirea filamentelor de PAN în aer, fără tensionare, în trei trepte successive  
11           (200°C, timp de 2 h, 220°C, timp de două ore și jumătate), cu carbonizare ulterioară în mediu  
inert, între 700 și 1500°C.

13           În documentul **JP 63264919 A**, se prezintă, de asemenea, un procedeu de obținere  
a unei fibre de carbon din PAN (poliacrilonitril), prin tratarea precursorului fibrilar în două  
15           trepte termice, la 200...240°C, în atmosferă oxidantă și la 300...400°C, sub tensiune de  
întindere, și apoi carbonizare la maximum 1500°C, în atmosferă oxidantă, sub tensiune de  
17           întindere, iar documentul **CN 1840751 A** prezintă un procedeu de producere a unei fibre de  
carbon din alcool polivinilic prin încălzire, sub acțiunea unei tensiuni de 0,01...0,1 cN/dtex,  
19           în trei trepte termice, la 180...220°C, la 240...270° și la circa 300°C, în aer, cu carbonizare  
la 900...1100°C, în gaz inert sau aer static.

21           De asemenea, documentul **CN 101260575 A** prezintă o metodă și o instalație de  
formare a unei fibre de carbon din poliacrilonitril (PAN), prin supunerea precursorului fibrilar  
23           la o preoxidare într-un cuptor de temperatură joasă, în 5 trepte termice, în aer, urmată de  
carbonizare la temperatură joasă în atmosferă protectoare și apoi de carbonizare la  
25           temperatură înaltă în atmosferă protectoare de Ar, instalația de aplicare a procedeeului  
incluzând două role, de desfășurare și înfășurare a firului, un dispozitiv de reglare a tensiunii  
27           fibre cu senzor de tensiune a firului, un cuptor de tratament termic cu role de trecere a fibrei  
în zig-zag prin zonele de tratare termică corespondente treptelor de tratament termic de  
29           temperatură joasă, specifice procedeeului și un cuptor de carbonizare finală.

          Mai este cunoscut un procedeu de obținere a fibrei de carbon din PAN, pentru  
31           termostabilizare, între 200 și 400°C, în atmosferă dehidrogenată, compusă din amestec de  
acid clorhidric și oxid de azot, carbonizarea ulterioară până la 600°C, în atmosferă oxidantă  
33           acidă și carbonizarea ulterioară în mediu inert.

          Acest procedeu este nociv și scump.

35           Procedeele anterior prezentate prezintă și acestea inconvenientul că sunt de lungă  
durată, neeconomice și, în plus, documentele ce le descriu nu prezintă parametrii regimurilor  
37           de lucru și, de asemenea, nu precizează calitatea fibrei de carbon obținută.

          Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este stabilirea parametrilor de desfășu-  
39           rare a unor faze tehnologice de procedeu și a unor elemente constructive de instalație de  
aplicare a procedeeului, precum și dispunerea acestor elemente constructive, astfel încât să  
41           se asigure economicitatea tehnologiei de obținere a fibrei de carbon din PAN și garanția unei  
fibre calitativ superioară.

43           Procedeu pentru obținerea fibrei de carbon din PAN și instalația de aplicare conform  
invenției rezolvă această problemă tehnică, prin aceea că, în cadrul procedeeului revendicat,  
45           fibra de carbon este obținută prin fazele de: stabilizare termică la temperatură joasă, în 3  
trepte, la 200°C, 220°C și 255°C, sub tensiune de întindere a firului, precarbonizare în mediu  
47           inert, într-un cuptor tubular cu variația liniară a temperaturii în domeniul termic de 400...  
900°C și carbonizare într-un cuptor tubular cu variație parabolică a temperaturii în intervalul  
49           termic de 600...1500°C, în mediu inert.

# RO 126850 B1

Instalația pentru aplicarea procedurii conform invenției este constituită din trei etuve pentru termostabilizarea PAN-ului, un cuptor de precarbonizare a PAN-ului termostabilizat și un cuptor de carbonizare, și dintr-un dispozitiv tensiometric de măsurare a tensiunii din cablul PAN, format dintr-o traversă orizontală cu două tije verticale fixe și o tijă verticală culisantă, care apasă pe o lamelă elastică din oțel, având, pe ambele fețe, mărci tensiometrice, racordate la un tensiometru cuplat cu un registrator, cele trei tije fiind prevăzute, la partea lor inferioară, cu câte o rolă de trecere a cablului, a cărei tensiune se transformă în apăsare pe lamela elastică cu mărci tensiometrice prin tija culisantă, permițând măsurarea tensiunii din cablul PAN și reglarea acestuia prin variația corespunzătoare a vitezei grupurilor de tracțiune, montate înainte și după prima etuvă de termostabilizare.

Invenția prezintă următoarele avantaje: 11

- reducerea consumului energetic; 13
- creșterea productivității; 13
- valorificarea superioară a materiei prime.

Invenția este prezentată pe larg, în continuare, prin două exemple de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1...5, care reprezintă: 15

- fig. 1, schema de ansamblu a instalației pentru obținerea fibrei de carbon din PAN; 17

- fig. 2, vedere laterală, cu secțiune parțială, prin dispozitivul de măsurare a tensiunii din cablu; 19

- fig. 3, vedere laterală a celor 3 etuve de termostabilizare;

- fig. 4, vedere laterală a cuptorului de carbonizare a cablului termostabilizat; 21

- fig. 5, vedere laterală a cuptorului de carbonizare.

Procedee pentru obținerea fibrei de carbon din PAN, conform invenției, realizează, într-o primă fază, supunerea filamentelor de PAN termostabilizării în aer, în 3 trepte, la temperaturile de 200°C, de 220°C și de 255°C, cu tensionarea filamentelor, în prima etapă, la valori ale tensiunii cuprinse între 0,115 și 0,125 g/dtex, durata totală a încălzirii fiind de 2 h și 20 min, urmată de precarbonizarea PAN termooxidat într-un cuptor tubular, în mediu inert, cu variația liniară a temperaturii între 400 și 900°C, timp 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 min. 23

Instalația pentru obținerea fibrei de carbon, conform invenției, este constituită dintr-un dispozitiv tensiometric **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. 31

Dispozitivul tensiometric **A** de măsurare și reglare a tensiunii din cablul PAN constă dintr-o traversă **1**m cu două tije verticale fixe **2** și o tijă verticală culisantă **3**, care apasă pe o lamă elastică **4**m prevăzută cu 2 mărci tensiometrice **5**, care, printr-un dispozitiv **6**, sunt racordate la un tensiometru **7**, cuplat cu un registrator **8**. Cele 3 tije sunt prevăzute, la partea inferioară, cu role cu canal **9**, pentru trecerea cablului PAN. 35

Cu ajutorul unui resort **10**, al unor șaipe de fixare **11** și **12** și al unor tije 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 lamelei elastice **4** în domeniul limitei de proporționalitate. 37

Grupul **B** de etuve pentru termostabilizarea PAN-ului constă din trei etuve **14**, **15** și **16**, consecutive, 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  $250^{\circ}\text{C} \pm 2,5^{\circ}\text{C}$ . 43

# RO 126850 B1

1 Grupul **C** de precarbonizare este un cuptor tubular, cu țeava din oțel refractar **17**,  
încălzit electric cu variația liniară a temperaturii de la 400 la 900°C, prin intermediul a **6** rezis-  
3 tențe electrice comandată de regulatoarele **18** și având în interiorul țevii din oțel mediu inert,  
obținut prin alimentarea din exterior cu suprapresiune, prin capetele de alimentare **19** și  
5 țeava de evacuare **20** a gazelor.

Grupul de carbonizare **D** este un cuptor tubular cu un rezistor de grafit **21**, care  
7 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  
9 cuptorului **22** și țeava de evacuare **23**.

**Exemplul 1.** Pentru obținerea fibrei de carbon, bobina cu PAN "Courtaulds" având  
11 caracteristicile: finețe 1.2 dtex, densitatea 1200 kg/m<sup>3</sup>, număr de filamente K= 6000,  
diametrul filamentelor de 12 μm, este montată pe un dispozitiv **24** de montare și desfacere  
13 a bobinei, firul fiind trecut prin niște grupuri de tracțiune **25**, **26** și **27**, cu motoarele electrice  
**M1**, **M2** și **M3**, peste rolele dispozitivului de măsurare a tensiunii din cablu, intră în prima  
15 etuvă **14**, unde este încălzit la 200°C, apoi în etuva a doua **15**, unde este încălzit la 220°C,  
și apoi în etuva a treia **16**, unde este încălzit la 255°C, timpul total fiind de 2 h și 20 min, egal  
17 repartizat pe fiecare etuvă, cablul termostabilizat fiind înfășurat pe o bobină.

Tensionarea cablului se face numai în prima etuvă **14**, prin varierea turației  
19 motoarelor **M1** și **M2**, ale grupurilor de tracțiune montate la intrarea și la ieșirea din etuvă,  
astfel încât dispozitivul tensiometric **A** să indice valorile de 0.12...0.15 g/dtex.

21 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  
23 precarbonizare **C**, cu variația liniară a temperaturii de la 400 la 900°C și mediu inert, durata  
de încălzire fiind de o oră, și apoi parcurge cuptorul de carbonizare **D** cu mediu inert și  
25 variație parabolică a temperaturii de la 600 la 1500°C, durata de încălzire fiind de 20 min,  
produsul rezultat fiind fibra de carbon.

27 Fibra de carbon astfel obținută are caracteristici mecanice:  $\sigma = 32000 \text{ daN/cm}^2$ ,  $E =$   
2 400 000 daN/cm<sup>2</sup> și servește pentru armarea rășinilor și obținerea de compozite de fibră  
29 de carbon.

**Exemplul 2.** Pe instalația descrisă în exemplul 1, cablul din PAN "Courtaulds", având  
31 caracteristicile prezentate în exemplul 1, a fost trecut, în ordine, prin dispozitivul de măsurare  
a tensiunii, prin 3 etuve **14**, **15** și **16**, consecutive, încălzite la 200°C ±2°C; 220°C±2°C,  
33 255°C±2°C, cu tensionarea de 0.125...0.15 g/dtex a cablului în prima etuvă, precarbonizarea  
ca în exemplul 1 și carbonizarea la 2500°C.

35 Fibra de carbon rezultată a avut caracteristicile  $c = 25000 \text{ daN/cm}^2$ ,  $E =$   
3000000 daN/cm<sup>2</sup>.

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

# RO 126850 B1

## Revendicări

- |  |                  |
|--|------------------|
|  | 1                |
| 1. Procedeu de obținere a unei fibre de carbon, realizat prin fazele de stabilizare termică la temperatură joasă, de minimum 200°C și sub 256°C, sub tensiune de întindere a firului, precarbonizare în mediu inert și carbonizare la maximum 1500°C, în mediu inert, <b>caracterizat prin aceea că</b> termostabilizarea se realizează în 3 trepte, la 200°C, 220°C și 255°C, precarbonizarea se realizează într-un cuptor tubular cu variația liniară a temperaturii în domeniul termic de 400...900°C și carbonizarea se realizează într-un cuptor tubular cu variație parabolică a temperaturii în intervalul termic de 600...1500°C în mediu inert. | 3<br>5<br>7<br>9 |
| 2. Procedeu de obținere a unei fibre de carbon, conform revendicării 1, <b>caracterizat prin aceea că</b> tensionarea cablului PAN între prima și a doua treaptă termică este de 0.125... 0.15 g/dtex.   | 11               |
| 3. Instalație de obținere a unei fibre de carbon, pentru aplicarea procedurii conform revendicării 1, 2 sau 3, prevăzută cu un dispozitiv tensiometric (A) pentru măsurarea tensiunii fibrei PAN, minimum o etuvă pentru termostabilizare și un cuptor tubular (D) pentru carbonizarea fibrei precarbonizate, <b>caracterizată prin aceea că</b> pentru termostabilizarea fibrei PAN, cuprinde un grup (B) de trei etuve (14, 15 și 16), iar pentru precarbonizarea cablului PAN termostabilizat, are un cuptor tubular (C).   | 13<br>15<br>17   |
| 4. Instalație conform revendicării 3, <b>caracterizată prin aceea că</b> dispozitivul tensiometric (A) pentru măsurarea tensiunii din cablu este format dintr-o traversă orizontală (1), cu două tije verticale fixe (2) și o tijă verticală culisantă (3), care apasă pe o lamelă elastică (4) din oțel, având, pe ambele fețe, mărci tensiometrice, racordate la un tensiometru (7), cuplat cu un înregistrator (8), tijele (2 și 3) fiind prevăzute, la partea lor inferioară, cu câte o rolă de trecere a cablului (9).  | 19<br>21<br>23   |

(51) Int.Cl.

C04B 35/83 (2006.01),

D01F 9/22 (2006.01)

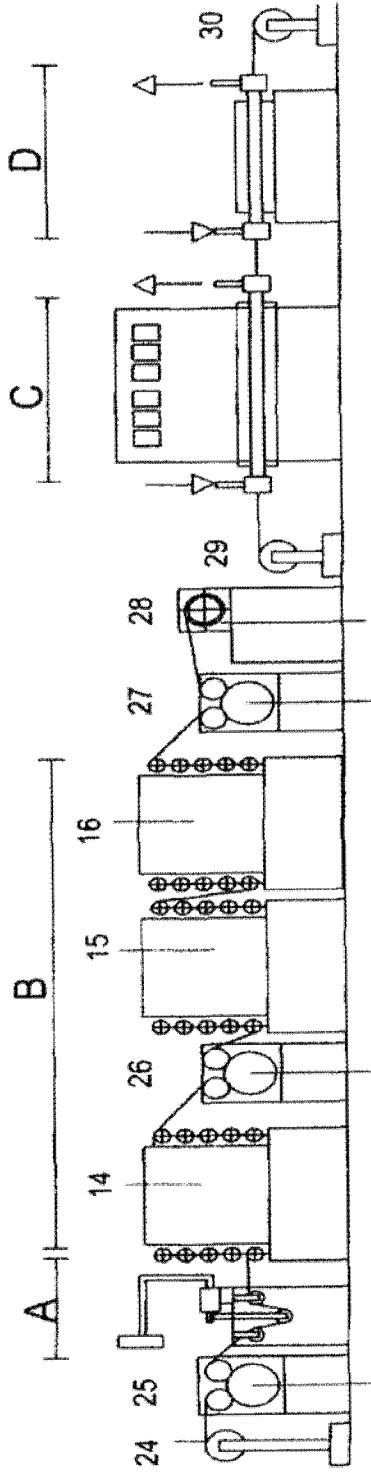


Fig. 1

(51) Int.Cl.

C04B 35/83 (2006.01),

D01F 9/22 (2006.01)

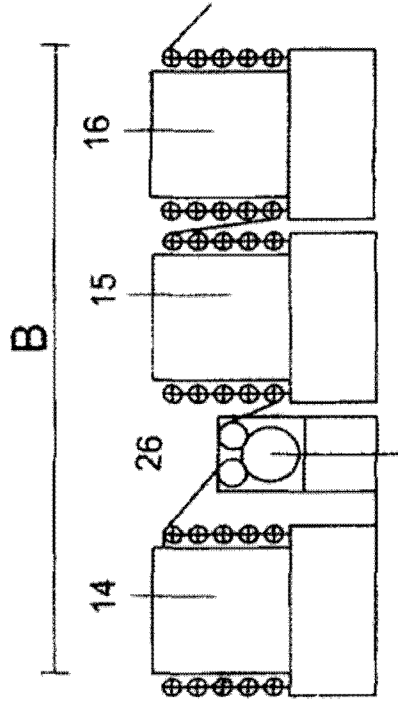


Fig. 3

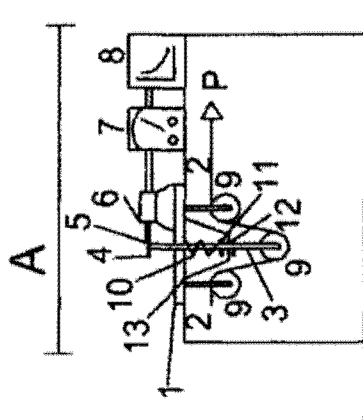


Fig. 2

(51) Int.Cl.

C04B 35/83 (2006.01),

D01F 9/22 (2006.01)

