

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 552 982**

51 Int. Cl.:

D01F 9/22 (2006.01)

D01F 9/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.07.2012 E 12759206 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.08.2015 EP 2734662**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de fibras de carbono y planta para la operación de dicho procedimiento**

30 Prioridad:

22.07.2011 IT MI20111372

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

03.12.2015

73 Titular/es:

M.A.E. S.P.A. (100.0%)

Via Bolzoni 51/53

29122 Piacenza, IT

72 Inventor/es:

ROVELLINI, MARCO

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 552 982 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de fabricación de fibras de carbono y planta para la operación de dicho procedimiento

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado de fabricación de fibras de carbono.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

- 5 Las fibras de carbono (FC) - descubiertas por primera vez por Edison en 1879 tras la carbonización de un hilo de carbono, mientras buscaba un filamento adecuado para lámparas incandescentes - aparecieron en el mercado solo en 1960 gracias al proceso de fabricación ideado por William Watt para la Royal Aircraft en el Reino Unido partiendo de la transformación de una fibra de poliacrilonitrilo (PAN).

10 Las fibras de carbono consisten en delgados filamentos, continuos o de longitud predeterminada (fibras cortadas), que tienen un diámetro de 5 a 10 μm , que consisten fundamentalmente en átomos de carbono. Los átomos de carbono están unidos mutuamente en una matriz cristalina, en la que los cristales individuales están alineados, en un menor o mayor grado, a lo largo del eje longitudinal de la fibra, impartiendo de este modo a la fibra una resistencia extraordinariamente alta comparada con el tamaño de la misma.

15 A continuación se juntan varios miles de fibras de carbono mutuamente para formar un hilo o un haz de filamentos (o mecha) que puede usarse como tal o tejerse en un telar para formar un tejido. El hilo o tejido así obtenido se impregna con resinas, de forma típica, resinas epoxídicas, y a continuación se moldea para obtener productos de material compuesto caracterizados por una elevada ligereza y resistencia.

20 Las fibras de carbono representan el punto de transición entre las fibras orgánicas e inorgánicas; de hecho, estas se producen partiendo de fibras orgánicas que se modifican por tratamientos térmicos y pirólisis, durante los cuales primero se provoca una reorientación de los segmentos moleculares en las fibras individuales y, a continuación, a altas temperaturas, se produce la eliminación de oxígeno, hidrógeno y de la mayor parte del nitrógeno, de modo que la fibra final consiste en más de un 90 % y hasta un 99 % de carbono y el resto nitrógeno.

25 Junto con la disponibilidad de fibras de vidrio, la disponibilidad en el mercado de fibras de carbono ha dado lugar al uso de materiales compuestos de una forma siempre creciente. En particular, con el uso de fibras de carbono, ha sido posible diseñar materiales compuestos con rendimientos mecánicos avanzados para usos inicialmente para los sectores militar y/o aeronáutico, considerando el alto coste de este material y, posteriormente - con la mejora de las técnicas de fabricación y la resultante reducción de costes - también para productos de la industria de la energía (depósitos a presión, palas de generadores eólicos, pilas de combustible, plataformas petrolíferas), de la industria del transporte (trenes, automóviles, embarcaciones) y de la industria del ocio (herramientas y equipo para la práctica de deportes). Aunque para este último sector de aplicación hoy en día el mercado parece estar ya totalmente desarrollado, en el sector aeronáutico, y en especial en el sector industrial, en el período de los próximos cinco años se espera un pronunciado aumento de la demanda y por ello la necesidad de aumentar los grupos existentes de plantas de fabricación.

35 En la actualidad, las fibras de carbono se fabrican por modificación de fibras artificiales (rayón industrialmente, lignina experimentalmente) o fibras sintéticas (poliacrilonitrilo para al menos el 90 % de la producción mundial, pero también PBO y, de forma experimental, otras fibras termoplásticas) o de residuos de la destilación del petróleo o alquitrán (betunes). Las primeras se denominan tradicionalmente fibras de carbono derivadas de PAN, mientras que las segundas se denominan fibras de carbono derivadas de betunes. Este último tipo de fibras se denominan impropriamente como "fibras de grafito", aunque naturalmente no son fibras obtenidas de grafito, para subrayar el hecho de que cuando tales fibras sufren un tratamiento térmico por encima de 2000 °C, estas finalmente exhiben una disposición de átomos de carbono muy similar a la típica del grafito y una ausencia sustancial de otros elementos en la red.

45 En el caso de fibras de carbono derivadas de PAN, un sector en el que se posiciona la presente invención, la fibra de poliacrilonitrilo de partida (el denominado precursor) debe estar caracterizada por una composición química adecuada, por una orientación molecular especial y por una morfología específica, de modo que pueda obtenerse de la misma una fibra de carbono final con características satisfactorias. La composición química es importante también para el propósito de controlar el nivel exotérmico de la reacción de ciclación del -CN, igual a 18 kcal/mol, una reacción que representa la primera etapa de procesado de la fibra de poliacrilonitrilo. En las plantas derivadas de materiales textiles, el precursor típicamente se produce en masa y las fibras individuales se recogen en haces o haces de filamentos que contienen hasta 300 000 filamentos individuales; los menores haces de filamentos producidos en este tipo de plantas contienen por ejemplo 48 000 filamentos (los denominados 48K). Al mismo tiempo, existen plantas que se diseñaron de forma específica para fabricar haces de filamentos de bajo denier, en las que la producción se produce en una escala pequeña o media con la fabricación de haces de filamentos de 1K, 3K, 6K y 12K. En este caso, los haces de filamentos individuales pueden juntarse mutuamente para formar otros mayores, por ejemplo, haces de filamentos de 24K o 48K, al final del proceso de carbonización. Las fibras de carbono producidas en este primer tipo de plantas tienen un menor coste de fabricación, dado por la elevada capacidad de producción de la misma, pero tienen un menor grado de regularidad, y por ello estas son más adecuadas para usos industriales. Las fibras de carbono producidas en el segundo tipo de plantas son en cambio más regulares y más apreciadas por la industria aeronáutica, en la que existe

un hábito consolidado de uso de haces de filamentos de fibra de carbono más pequeños.

5 La reacción de ciclación de las fibras de PAN representa, como se indicado antes, la primera etapa del proceso de carbonización. Este se lleva a cabo en aire, a 200-295 °C (220-275 °C en la práctica real) durante unas pocas horas, y conduce a un material ignífugo negro, el denominado PAN oxidado, que presenta propiedades mecánicas bastante pobres y se destina - como tal - a la producción de telas de protección, acolchados ignífugos o, en materiales compuestos carbono-carbono, de frenos de alto rendimiento (para aeronaves, automóviles de carreras y trenes de alta velocidad).

10 Durante la etapa de ciclación a 200-295 °C es muy importante verificar la retracción de la fibra, puesto que en esta etapa se determina la alineación de segmentos moleculares a lo largo del eje de la fibra, de cuya orientación depende el módulo elástico final de la fibra de carbono. La orientación molecular impartida a la fibra acrílica original afecta a la tenacidad y al módulo elástico de la fibra de carbono final; sin embargo, el grado de orientación no debe ser excesivamente alto debido a que en ese caso se introducen defectos, tanto superficialmente como en el interior de la fibra.

15 La fibra de PAN así oxidada sufre por tanto un proceso subsiguiente de carbonización, llevado a cabo en general en una atmósfera inerte, durante el cual se produce la eliminación de átomos extraños de la estructura de carbono con el desarrollo de la estructural final de grafito. El proceso de carbonización se produce en general en dos etapas: una primera etapa a baja temperatura (350-950 °C, 400-900 °C en la práctica real) y una segunda etapa a alta temperatura (1000-1800 °C, 1000-1450 °C en la práctica real). Por tanto, durante todas las etapas del proceso de carbonización, se generan HCN, NH₃ y N₂ y también pueden generarse CO, CO₂ y H₂O dependiendo de la cantidad de O₂ que se haya unido a la fibra de PAN durante la ciclación a 200-295 °C en aire. Después del tratamiento térmico a más de 1000 °C la fibra de PAN ha cambiado a fibra de carbono que contiene aproximadamente 95 % de carbono y 5 % de nitrógeno. Durante el proceso de carbonización, la fibra es sometida a una contracción transversal que supone una reducción de diámetro con pérdida de aproximadamente un 50 % del peso inicial de la misma; la correspondiente contracción longitudinal está en cambio casi totalmente impedida mecánicamente, con el correspondiente desarrollo de una mayor orientación molecular que contribuye a una mejora de las propiedades mecánicas.

20 Aguas abajo de este proceso puede proporcionarse un posterior tratamiento pirolítico a temperaturas que varían de 2000 a 2600 °C, naturalmente siempre en ausencia de gases reactivos, que adopta el nombre de proceso de grafitización, durante el cual el porcentaje de nitrógeno residual es expulsado y el contenido en carbono de las fibras llega a más de un 99 %. Las fibras de carbono que sufren este tratamiento posterior exhiben incluso mejores propiedades mecánicas, sin embargo a costes mucho más elevados y, por ello, se reservan para usos especiales.

30 Al finalizar el proceso de carbonización, las fibras de carbono sufren un tratamiento de limpieza superficial y un tratamiento para la unión de grupos funcionales, con el fin de facilitar la adhesión de las fibras a la matriz de resina en la posterior etapa de conformado de materiales compuestos; para este propósito muchos fabricantes usan un proceso de oxidación electrolítico. Finalmente, en la fibra así tratada, se aplica un ensimaje o acabado, con el propósito de minimizar el daño derivado del enrollado en la bobina y mejorar adicionalmente la adhesión de la fibra a la matriz de resina en la que pretende embeberse.

ESTADO DE LA TÉCNICA ANTERIOR

40 Las fibras de carbono se producen en la actualidad de acuerdo con un esquema de proceso de 2 etapas, en el que dichas etapas están totalmente separadas una de la otra. De hecho, en una primera etapa del proceso - a menudo llevada a cabo en una planta físicamente alejada de aquella donde tiene lugar la segunda etapa - de hecho, el hilo precursor de PAN se produce en plantas conceptualmente derivadas de aquellas diseñadas para la hilatura tradicional con fines de tejeduría, con la introducción de variantes para obtener un hilo final que tenga las características mejor adaptadas para la posterior etapa de carbonización. En particular, estas son plantas de hilatura de alta velocidad, que tienen velocidades de salida de fibras de hasta 150 m/min (proceso de "hilatura en húmedo"), hasta 500 m/min (proceso de "hilatura en húmedo con chorros secos") o de hasta 1000 m/min (proceso de "hilatura en seco"), siendo por ello las velocidades más bajas típicas de la hilatura en un baño disolvente y las más altas de la hilatura en seco. El hilo así producido se enrolla en bobinas que pesan hasta 500 kg que a continuación se almacenan y se envían seguidamente a las plantas en las que tiene lugar la segunda etapa del proceso, es decir, la de carbonización. Las plantas de hilatura de este tipo normalmente procesan un número de haces de filamentos no superior a 50, para limitar la reducción de eficiencia de la planta en caso de rotura del haz de filamentos, cuya rotura puede requerir la parada temporal de toda la planta para su reparación.

55 En la segunda etapa del proceso en cambio se llevan a cabo los tratamientos en caliente sobre el precursor, para obtener la ciclación, la carbonización y posiblemente la grafitización de las mismas. Tal segunda etapa del proceso se lleva a cabo en una planta que comprende una fileta de gran tamaño inicial, sobre la cual se instalan las bobinas de fibra precursora que provienen de las plantas de hilatura, aguas abajo de las cuales están dispuestos los hornos de oxidación, carbonización y posiblemente de grafitización. Puesto que estos tratamientos térmicos requieren tiempos de residencia relativamente largos, con el fin de limitar el tamaño de la planta a límites industrialmente aceptables, la velocidad de procesamiento de las fibras de carbono en esta segunda etapa del proceso es mucho menor que en la etapa de hilatura, variando por ejemplo, de 5 a 20 m/min y el número de haces de filamentos procesados de forma

simultánea es en consecuencia mayor, de forma típica de hasta 600 haces de filamentos.

PROBLEMA Y SOLUCIÓN

5 El procedimiento de fabricación de fibras de carbono se ha concebido desde su comienzo en la versión que comprende dos etapas de proceso separadas, y mantenido en dicha versión en todos los posteriores desarrollos, debido a la evidente incompatibilidad de los parámetros de velocidad y velocidad de flujo de las dos etapas del proceso. De hecho, considerando que una planta de hilatura convencional puede producir simultáneamente hasta un máximo de 50 haces de filamentos, habría sido teóricamente necesario disponer hasta 6 líneas de hilatura una al lado de otra para alimentar directamente una única planta de carbonización; sin embargo, puesto que cada línea de hilatura tradicional tiene un tamaño considerable (por ejemplo, una longitud de hasta 100 m), dicha solución habría implicado la disposición -
10 evidentemente impracticable desde un punto de vista de ingeniería de la planta - de 6 plantas de hilatura convergiendo en una única alimentación de la planta de carbonización.

Por otra parte, dicha solución habría sido también poco eficiente desde un punto de vista económico, puesto que cada una de las 6 líneas de hilatura habría tenido que operar a una velocidad muy baja, es decir, idéntica a la de una etapa de carbonización, y por ello con una ratio totalmente inadecuada entre costes de planta y productividad.

15 El procedimiento con dos etapas separadas se impone por ello por sí mismo como una solución forzada, a la luz de lo expuesto antes, a pesar de los problemas técnicos y económicos evidentes que conlleva.

Un primer inconveniente significativo - técnico - del procedimiento de dos etapas deriva del enrollado de la bobina de los haces de filamentos precursores y en particular, de la compresión cíclica que los haces de filamentos sufren en esta operación por el dispositivo de guiado transversal, que de hecho causa una oxidación no uniforme en la posterior
20 reacción de oxidación. Un segundo inconveniente, igualmente significativo - económico -, también está relacionado con las operaciones de enrollado en la bobina de los haces de filamentos precursores. De hecho, esta operación - y las posteriores operaciones relevantes para almacenar las bobinas, transportar la mismas a la planta de carbonización y finalmente insertar las bobinas en la fileta que alimenta dicha planta - suponen una parte importante de los costes de instalación y gestión de una planta de producción de fibra de carbono.

25 Otro inconveniente de las líneas tradicionales de hilatura del precursor es finalmente el de la baja flexibilidad de las mismas en relación con la producción de haces de filamentos con una menor número de filamentos comparados con la proyectada. De hecho, tales haces de filamentos, debido a la necesidad de un hueco adecuado entre los mismos y los rodillos tensores respectivos, ocupan - siendo el mismo el denier total de la línea de hilatura - una mayor porción de la anchura de rodillo que uno ocupado por haces de filamentos de alto denier. Sin embargo, la anchura de los rodillos
30 tensores de los haces de filamentos, por razones técnicas y económicas obvias, tiene límites de tamaño precisos y esta limitación de tamaño implica por ello - siendo la velocidad y tecnología de línea la misma - una reducción drástica de la capacidad de fabricación de la misma cuando está implicada en la producción de haces de filamentos de bajo denier.

35 Por tanto, un objeto de la presente invención es proponer un procedimiento de fabricación de fibras de carbono que esté exento de estos inconvenientes y que, en particular, permita evitar la etapa de enrollado en la bobina del precursor antes de la etapa de carbonización, garantizando de este modo la perfecta uniformidad de los haces de filamentos que entran en la etapa de carbonización y eliminando los costes y ocupación de espacio en lo que se refiere a la gestión de carga/descarga de las bobinas de precursor de PAN entre las dos plantas del procedimiento tradicional de 2 etapas.

40 Otro objeto de la presente invención es proponer un procedimiento de fabricación de fibra de carbono que tiene una alta flexibilidad de producción incluso con haces de filamentos de bajo denier, por ejemplo, inferiores a 1K, así como con una baja densidad lineal de los filamentos, por ejemplo, menor de 1 dtex.

De nuevo, otro objeto de la presente invención es proponer un procedimiento de fabricación de fibra de carbono que mantenga una elevada eficiencia de fabricación también en presencia de una rotura del haz de filamentos en la etapa de hilatura.

45 Todos los objetos indicados antes se consiguen por medio de un procedimiento que tiene las características definidas en la reivindicación 1 anexa al presente documento y por una planta que tiene las características definidas en la reivindicación 8. En las reivindicaciones dependientes se definen características adicionales de la invención.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

50 En cualquier caso, otras características y ventajas de la invención serán más evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de una realización preferida de la misma, dada únicamente como ejemplo no limitante e ilustrada en los dibujos adjuntos, en los que:

la fig. 1 es una viste global en perspectiva y esquemática de la sección de hilatura de una planta de fabricación de fibras de carbono de acuerdo con la presente invención;

la fig. 2 es una vista detallada en perspectiva de la porción de extremo de la sección de hilatura de la fig. 1;

la fig. 3 es una vista frontal esquemática que ilustra - en una escala aumentada - dos módulos de la planta de hilatura de la fig. 1; y

la fig. 4 es una vista axonométrica de los dos módulos ilustrados en la fig. 3.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERENTES

5 El objeto que el autor de la invención pretende conseguir con la presente invención es combinar las dos etapas separadas del procedimiento de fabricación tradicional de fibras de carbono en un único procedimiento en línea, para obtener de este modo un procedimiento en el que la fibra precursora de PAN producida en la sección de hilatura pueda ser suministrada directamente a la sección de carbonización, por tanto sin ningún tipo de área de almacenamiento intermedio de fibra precursora de PAN entre la etapa de hilatura y la etapa de oxidación/carbonización. De hecho, solo
10 alcanzando este objeto habría sido posible alcanzar totalmente los principales objetos de la invención.

Las razones por las cuales esta combinación directa de las dos etapas del procedimiento tradicional en un único procedimiento en línea no fue posible ni concebible, de acuerdo con la técnica conocida, ya se han descrito en la parte preliminar de la presente descripción.

15 El autor de la presente invención por tanto ha decidido distanciarse totalmente del enfoque tradicional y ha ideado un novedoso procedimiento de fabricación de fibra de carbono, caracterizado, en la etapa de hilatura de la fibra precursora de PAN, por estos elementos innovadores fundamentales:

- una baja velocidad de salida en la etapa de estirado final, es decir, una velocidad que esté dentro de las velocidades de procesado adecuadas en la posterior etapa de oxidación/carbonización (actualmente 5-20 m/s);
- recorrido de procesado del hilo que se desarrolla en una zona altamente compacta, usando recorridos de fibra
20 tanto horizontales como en zig-zag;
- planta de hilatura modular en la que cada módulo individual, que pueden estar unidos en serie, tiene una productividad muy baja (2-8 haces de filamentos) con respecto a la productividad global del procedimiento. Un diagrama ejemplo de una planta de hilatura en la que se incorporan los elementos innovadores citados antes, y por medio de la cual el procedimiento de la invención puede por ello llevarse a cabo, está ilustrado en las figs. 1 y 2,
25 mientras que el detalle de los módulos de hilatura individuales está ilustrado en las figs. 3 y 4.

Como puede apreciarse en los dibujos adjuntos, la planta de hilatura ilustrada, que es una realización ejemplo no limitante de la presente invención, comprende dos series de módulos de hilatura, A y B, respectivamente, dispuestos uno sobre el otro y que consiste cada uno en 22 módulos de hilatura M adyacentes. Cada uno de los módulos de hilatura M es, por ejemplo, capaz de producir 8 haces de filamentos de precursor de PAN de 12K.

30 El número total de los módulos M de la planta se calcula considerando la productividad de cada módulo individual y la velocidad de flujo de alimentación requerida de la sección de carbonización de la planta. La productividad de cada módulo M individual es preferiblemente menor del 10 % de la productividad global de la sección de hilatura, más preferiblemente, menor del 5 % de dicha productividad global e incluso más preferiblemente, menor del 2,5 % de dicha productividad global.

35 De acuerdo con una característica particularmente interesante de la presente invención, los módulos M individuales que constituyen cada una de las secciones de módulos A y B están ligeramente descentradas una con respecto a la otra en una dirección transversal, en un grado que corresponde exactamente a la anchura final total de los haces de filamentos producidos por cada módulo M que, en el ejemplo ilustrado, es de aproximadamente 41 mm. De este modo, los haces de filamentos producidos por un módulo pueden disponerse exactamente al lado de los producidos por
40 módulos M subsiguientes - sin imponer desviación lateral alguna a los mismos - para obtener así, al final de cada una de la serie de módulos A y B, una banda continua N_A , N_B formada por $8 \times 22 = 176$ haces de filamentos y por ello que tiene una anchura total de aproximadamente 900 mm.

Las dos series de módulos A y B están además mutuamente desplazadas en una dirección transversal precisamente por dicha distancia, de modo que la banda de haces de filamentos N_B , que procede de la serie de módulos B anteriores, puede disponerse al lado de la banda N_A , que procede de la serie de módulos A inferiores, a través de un conjunto de rodillo estirador R dispuesto adecuadamente - en este caso, además, sin imponer desviación transversal alguna a las bandas N_A y N_B - para así formar una banda continua de haces de filamentos que tienen una anchura de 1800 mm que es la anchura de banda típica usada para alimentar el horno F subsiguiente de oxidación totalmente idéntico al del procedimiento tradicional. Es importante destacar que la total ausencia de desviaciones transversales
50 impuestas sobre las fibras precursoras de PAN durante el procedimiento de hilatura y, por tanto, durante el proceso de transporte hasta el horno F de oxidación/carbonización, permite evitar toda falta de uniformidad de la misma, dicha falta de uniformidad se traduciría de forma inevitable en una estructura cristalina irregular de las fibras de carbono derivadas de dichas fibras precursoras de PAN y, por ello, en el análisis final, en características mecánicas no óptimas de la misma.

55 Como se establece anteriormente, el procedimiento de hilatura se produce a una velocidad mucho menor que la de las

plantas tradicionales y, en particular, a una velocidad tal que las bandas de haces de filamentos $N_A + N_B$ que proceden de la sección de hilatura, es decir, después de las operaciones de estirado, tienen la velocidad de entrada de la sección de oxidación F de las plantas tradicionales, es decir, una velocidad que varía de forma típica entre 5 y 20 m/min.

5 La estructura de cada módulo de hilatura M individual puede comprenderse inmediatamente a partir de las figs. 3 y 4 que muestran una realización preferida de los mismos

10 En la porción inferior de cada módulo M está dispuesto un depósito de hilatura 1 que contiene el baño de coagulación de la fibra de PAN, en el que se impregnan entre 2 y 8 hileras 2, dispuestas una al lado de la otra. Los haces de filamentos formados por los filamentos que proceden de las hileras 2 son recogidos del depósito de hilatura 1 y, por ello, conducidos a un baño que - a diferencia de lo que ocurre en las plantas de hilatura tradicionales - se desarrolla
15 tanto en una dirección horizontal y en una dirección vertical con un recorrido en zig-zag en una serie de rodillos accionados por motor independientemente 3, 4 y 5. En la realización ilustrada, se forman 8 recorridos subhorizontales rectilíneos entre pares de rodillos 3 opuestos y a lo largo de los mismos recorridos se realizan todas las operaciones necesarias, es decir, lavado, estirado, secado, estabilizado y acabado de las fibras precursoras de PAN, a través de una serie de dispositivos - conocidos *per se* por un experto en la técnica y por esta razón no descritos aquí con detalle - a través de los cuales las fibras que se están formando son obligadas a pasar, sometiendo a las mismas de forma simultánea a la acción de diferentes soluciones acuosas.

20 En particular, en los dos primeros recorridos rectilíneos entre rodillos 3, inmediatamente aguas abajo del depósito de hilatura 1, se llevan a cabo los tratamientos de poscoagulación y preestirado, en los cuatro recorridos intermedios posteriores se llevan a cabo los tratamientos de lavado y estirado en húmedo, mientras que en los dos recorridos finales se llevan a cabo los tratamientos de acabado superficial. Al finalizar esta serie de tratamientos los haces de filamentos de fibras que se están formando, que mientras tanto, han llegado a la parte superior del módulo M, se llevan de nuevo a la parte inferior del mismo de acuerdo con un recorrido rectilíneo vertical que se prolonga entre un primer par de rodillos de estirado 4 y un segundo par de rodillos de estirado 5; el par de rodillos 4 está calentado, de modo que cuando pasan sobre los mismos las fibras se secan y se provoca su contracción transversal (contracción transversal =
25 aumento de la densidad de la fibra, bajo tensión y calor, debido al colapso de la posible estructura alveolar de la misma generado por eliminación de disolvente).

30 A lo largo del recorrido rectilíneo entre los pares de rodillos 4 y 5 está provisto además un dispositivo de estirado con vapor 6 a través del cual las fibras son obligadas a pasar para sufrir el estirado final determinado por la diferencia de velocidad de rotación entre el par de rodillos 5 y el par de rodillos 4. Del par de rodillos 5 los haces de filamentos de fibras de PAN se llevan finalmente de vuelta a la porción superior del módulo M, en un segundo recorrido rectilíneo vertical a través de un dispositivo de recocido con vapor 7 y, finalmente desde aquí estos son enviados a la sección de oxidación junto con los que provienen de los módulos de hilatura M precedentes o subsiguientes, de las misma serie A o B.

35 Debido al hecho de que la hilatura se lleva a cabo a baja velocidad, la longitud de los recorridos de tratamiento puede ser particularmente corta, a pesar de mantener tiempos de permanencia satisfactorios en los dispositivos de procesamiento de fibra individuales. Esto permite limitar el tamaño total de los módulos de hilatura M a valores particularmente bajos; como ejemplo, en la realización ilustrada la dimensión longitudinal de los módulos, o más precisamente la separación entre dos módulos subsiguientes, es de 1250 mm, mientras que la altura de los módulos es inferior a 2200 mm.

40 Puesto que en cada uno de los módulos M existe una producción de fibra relativamente baja, la anchura de los rodillos 3-5 puede dimensionarse fácilmente de modo que alberguen - incluso en las primeras etapas de hilatura en las que la fibra en granel es mucho más alta - un gran número de haces de filamentos de menor denier o de haces de filamentos que consisten en filamentos que tienen baja densidad lineal, de modo que se pueda mantener la productividad global de cada módulo M constante, independientemente del número de haces de filamentos procesados y de la densidad
45 lineal de los filamentos individuales que constituyen dichos haces de filamentos.

50 La longitud total de una planta de hilatura de acuerdo con la presente invención es por tanto de aproximadamente 30 metros, comprendiendo también un conjunto de rodillo estirador R que proporciona la disposición de las bandas N_A y N_B una al lado de la otra y la alimentación de la sección de oxidación F. Dicha longitud total no es solo mucho más corta que la de las plantas de hilatura usadas en la actualidad, sino incluso comparable con la de una única fileta que alimenta las plantas de carbonización tradicionales. Usando el procedimiento y la planta de acuerdo con la presente invención es por tanto posible innovar la operación de plantas existentes a un coste muy bajo y con una drástica mejora de la eficiencia, tanto en términos de calidad del producto acabado como del coste del mismo. De hecho, de la descripción detallada expuesta antes resulta evidente que el procedimiento de fabricación de fibra de carbono de acuerdo con la presente invención alcanza en su totalidad el objeto principal, puesto que se elimina totalmente en el
55 mismo la etapa de enrollado de la bobina del precursor de PAN al final de la etapa de hilatura. Los problemas que dicho enrollado suele determinar por ello se despejan, tanto en términos de homogeneidad del haz de filamentos - y por ello de la calidad de la fibra de carbono obtenida a partir de dichas fibras precursoras de PAN - como en términos de costes de la planta y costes de operación relacionados con el enrollado/transporte/desenrollado de las bobinas del precursor de PAN.

El procedimiento de fabricación de fibras de carbono de acuerdo con la presente invención permite además alcanzar también los otros objetos adicionales de la invención y, en particular:

- 5 - una eficiencia drásticamente mejorada en caso de rotura del haz de filamentos, puesto que en este caso no es necesario detener toda la producción de la sección de hilatura, como ocurre en plantas tradicionales, sino únicamente la del módulo M individual afectado, con una pérdida mínima de productividad que, por ejemplo, en la realización ilustrada, es igual a aproximadamente 2,3 % de la productividad total;
- 10 - una elevada flexibilidad de procedimiento, es decir, la posibilidad de producir haces de filamentos con un bajo denier o con filamentos que tengan una baja densidad lineal sin efectos negativos sobre la productividad. De hecho, la capacidad de modular la solución técnica propuesta no plantea un límite sustancial en la anchura total teórica de la sección de hilatura, igual a la suma de las anchuras de los pequeños rodillos 3-5 usados en cada uno de los módulos M - en que el denier total de las fibras procesadas pueda por tanto mantenerse sin cambios incluso trabajando con haces de filamentos de bajo denier o con filamentos que tienen baja densidad lineal - proporcionando de este modo líneas de hilatura que son mucho más eficientes que las líneas de hilatura convencionales, donde la anchura máxima de los rodillos representa un límite para la productividad de la línea
- 15 cuando se trabaja con haces de filamentos de bajo denier. Por otro lado, la producción de los haces de filamentos de bajo denier antes citados o de haces de filamentos con filamentos que tienen baja densidad lineal puede implementarse solo en una porción de los módulos M de la planta de hilatura adaptados de forma específica a este fin, mejorando de este modo la flexibilidad de la planta también desde este punto de vista.

20 No obstante, se sobreentiende que la invención no debe considerarse limitada a la realización particular ilustrada antes, que representa únicamente una realización ejemplo de la misma, sino que son posibles una serie de variantes, todas al alcance de un experto en la técnica, sin apartarse del ámbito de la invención, tal como está definido por las siguientes reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de fibras de carbono, del tipo que comprende una primera etapa de hilatura de una fibra precursora de PAN y una segunda etapa de oxidación/carbonización de dicha fibra, caracterizado porque:
- 5 a. dichas etapas de hilatura y de oxidación/carbonización se llevan a cabo directamente en línea y de forma continua, por tanto sin ningún área de almacenamiento intermedio de precursor de PAN entre las dos etapas;
- b. dicha etapa de hilatura se lleva a cabo a baja velocidad, de modo que la velocidad de salida de la etapa de hilatura, aguas abajo de las operaciones de estirado, es una velocidad que está dentro del intervalo de las velocidades adecuadas de procesamiento en la subsiguiente etapa de oxidación/carbonización;
- 10 c. dicha etapa de hilatura se lleva a cabo de una forma modular en una pluralidad de módulos de hilatura (M) alineados en una o más filas (A, B), teniendo cada módulo de hilatura (M) una productividad no superior al 10 % de la productividad total de la etapa de hilatura;
- d. en cada módulo de hilatura (M) individual, las fibras aguas abajo del área de hilatura siguen recorridos rectilíneos en zig-zag a través de rodillos desviadores y tensores (3-5), tanto en una dirección horizontal como en una dirección vertical, recorridos a lo largo de los cuales se llevan a cabo los diversos tratamientos de hilatura;
- 15 e. los haces de filamentos de fibras que proceden de cada módulo de hilatura (M) se disponen al lado de los haces de filamentos que proceden de los módulos (M) precedentes y/o siguientes, sin sufrir desviaciones transversales con respecto a la dirección de progreso de los mismos, para formar una única banda (N) de alimentación de la etapa de oxidación/carbonización.
2. Procedimiento de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 1, en el que los módulos (M) individuales comprendidos en cada una de dichas filas (A, B) de módulos están ligeramente desplazados unos con respecto a los otros en una dirección transversal, en un grado que corresponde a la anchura final total de los haces de filamentos producidos por cada módulo (M).
- 20 3. Procedimiento de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 2, en el que dichas filas (A, B) de módulos (M) alineados están mutuamente superpuestas y cada fila superior (B) está totalmente desplazada en una dirección transversal con respecto a la fila inferior (A), en un grado que corresponde a la anchura final total de la banda de haces de filamentos (N_A) fabricada en dicha fila inferior (A).
- 25 4. Procedimiento de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 3, que comprende además un conjunto de rodillo estirador (R) para alinear en un mismo plano las bandas de haces de filamentos (N_A, N_B) fabricadas en cada una de dichas filas (A, B) de módulos de hilatura (M).
- 30 5. Procedimiento de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 4, en el que dicha velocidad de salida de los haces de filamentos de la etapa de hilatura, aguas abajo de las operaciones de estirado, es una velocidad que varía de 5 a 20 m/min.
6. Procedimiento de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 4, en el que la productividad de cada módulo de hilatura (M) no es superior al 5 %, y preferiblemente, no superior al 2,5 % de la productividad total de la etapa de hilatura del procedimiento.
- 35 7. Procedimiento de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 4, en el que cada módulo de hilatura (M) comprende:
- a. un depósito (1) dispuesto en la porción inferior del módulo y que contiene un baño de coagulación de las fibras de PAN, en el que se impregnan de 2 a 8 hileras (2) alineadas una al lado de otra;
- 40 b. al menos seis recorridos rectilíneos subhorizontales entre los rodillos desviadores y tensores (3), que progresan desde la porción inferior a la porción superior del módulo, a lo largo de los cuales se llevan a cabo un tratamiento de poscoagulación, un tratamiento de preestirado, tres o más tratamientos de lavado y estirado en húmedo, y uno o más tratamientos de acabado superficial finales, respectivamente.
- 45 c. dos recorridos rectilíneos verticales entre pares de rodillos desviadores y tensores (4, 5), desde la parte superior del módulo (M) a la parte inferior del mismo y viceversa, a lo largo de los cuales se llevan a cabo el tratamiento de contracción transversal, el tratamiento de estirado con vapor y finalmente el tratamiento de recocado con vapor de los haces de filamentos, respectivamente.
8. Planta de fabricación de fibras de carbono, del tipo que comprende una primera sección de hilatura de una fibra precursora de PAN y una segunda sección de oxidación/carbonización de dicha fibra, caracterizado porque:
- 50 a. dichas secciones de hilatura y de oxidación/carbonización están instaladas con una conexión directa en línea y, por tanto sin área de almacenamiento intermedio de precursor de PAN entre las dos secciones;

- b. dicha sección de hilatura comprende una pluralidad de módulos de hilatura (M) alineados en una o más filas (A, B), teniendo cada módulo de hilatura (M) una productividad no superior al 10 % de la productividad total de la sección de hilatura;
- 5 c. cada módulo de hilatura (M) individual, comprende una pluralidad de rodillos desviadores y tensores (3-5), para llevar las fibras aguas abajo del área de hilatura en recorridos rectilíneos en zig-zag que se desarrollan tanto en una dirección horizontal como en una dirección vertical, recorridos a lo largo de los cuales se llevan a cabo los diversos tratamientos de hilatura.
- 10 9. Planta de fabricación según la reivindicación 8, en la que los módulos (M) individuales comprendidos en cada una de dichas filas (A, B) de módulos están ligeramente desplazados unos con respecto a los otros en una dirección transversal, en un grado que corresponde a la anchura final total de los haces de filamentos producidos por cada módulo (M).
- 15 10. Planta de fabricación según la reivindicación 9, en la que dichas filas (A, B) de módulos (M) alineados están mutuamente superpuestas y cada fila superior (B) está totalmente desplazada en una dirección transversal con respecto a la fila inferior (A), en un grado que corresponde a la anchura final total de la banda de haces de filamentos (N_A) fabricada en dicha fila inferior (A).
11. Planta de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 10, que comprende además un conjunto de rodillo estirador (R) para alinear en un mismo plano las bandas de haces de filamentos (N_A, N_B) fabricadas en cada una de dichas filas (A, B) de módulos de hilatura (M).
- 20 12. Planta de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 11, en la que dicha velocidad de salida de los haces de filamentos de la sección de hilatura, aguas abajo de las operaciones de estirado, es una velocidad que varía de 5 a 20 m/min.
13. Planta de fabricación de fibras de carbono según la reivindicación 11, en la que la productividad de cada módulo de hilatura (M) no es superior al 5 %, y preferiblemente, no superior al 2,5 % de la productividad total de la sección de hilatura de la planta.
- 25 14. Planta de fabricación según la reivindicación 11, en la que cada módulo de hilatura (M) comprende:
- a. un depósito (1) dispuesto en la porción inferior del módulo y que contiene un baño de coagulación de las fibras de PAN, en el que se impregnan de 2 a 8 hileras (2) alineadas una al lado de otra;
- 30 b. al menos seis recorridos rectilíneos subhorizontales entre los rodillos desviadores y tensores (3), que progresan desde la porción inferior a la porción superior del módulo, a lo largo de los cuales se llevan a cabo un tratamiento de poscoagulación, un tratamiento de preestirado, tres o más tratamientos de lavado y estirado en húmedo, y uno o más tratamientos de acabado superficial finales, respectivamente;
- 35 c. dos recorridos rectilíneos verticales entre pares de rodillos desviadores y tensores (4, 5), desde la parte superior del módulo (M) a la parte inferior del mismo y viceversa, a lo largo de los cuales se llevan a cabo el tratamiento de contracción transversal, el tratamiento de estirado con vapor y finalmente el tratamiento de recocado con vapor de los haces de filamentos, respectivamente.

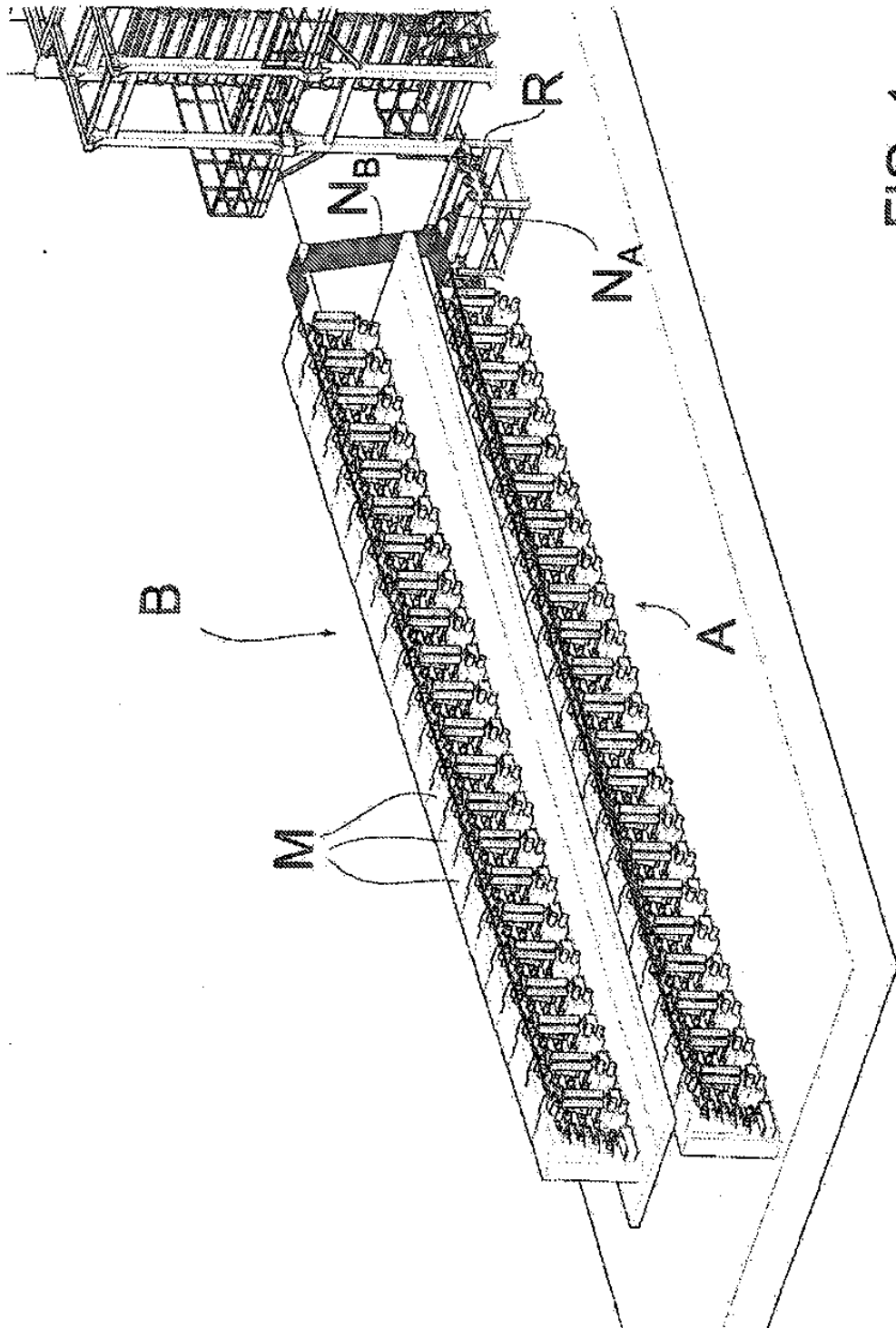


FIG. 1

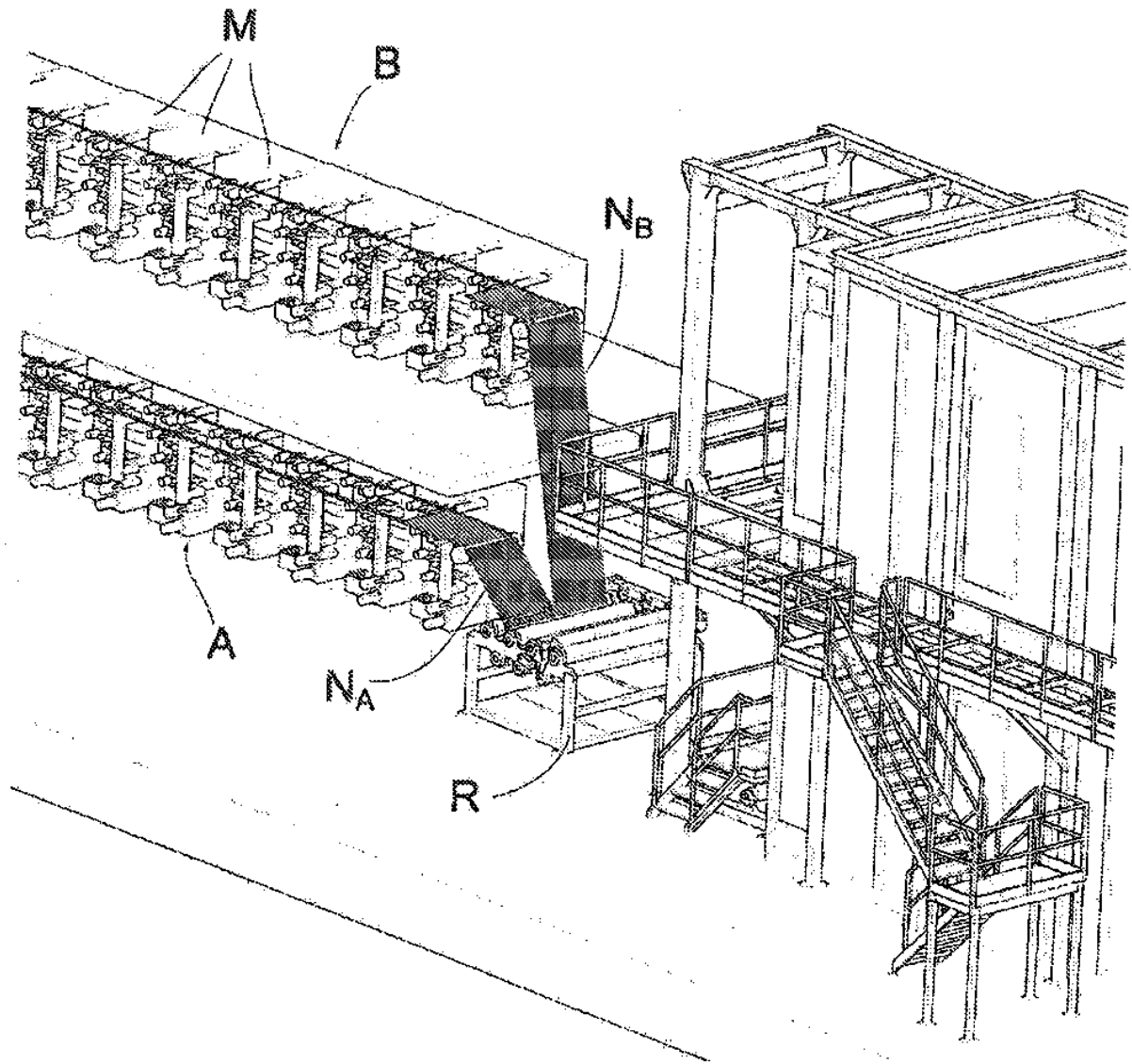


FIG. 2

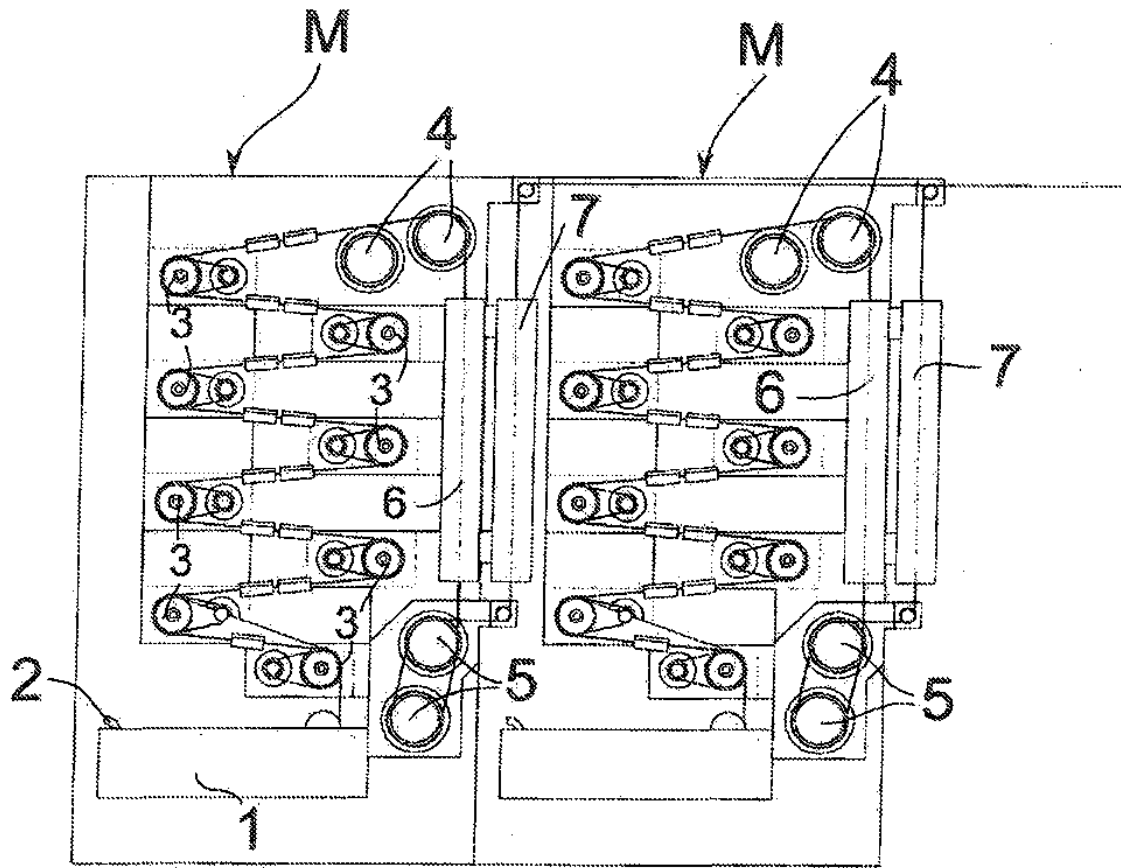


FIG. 3

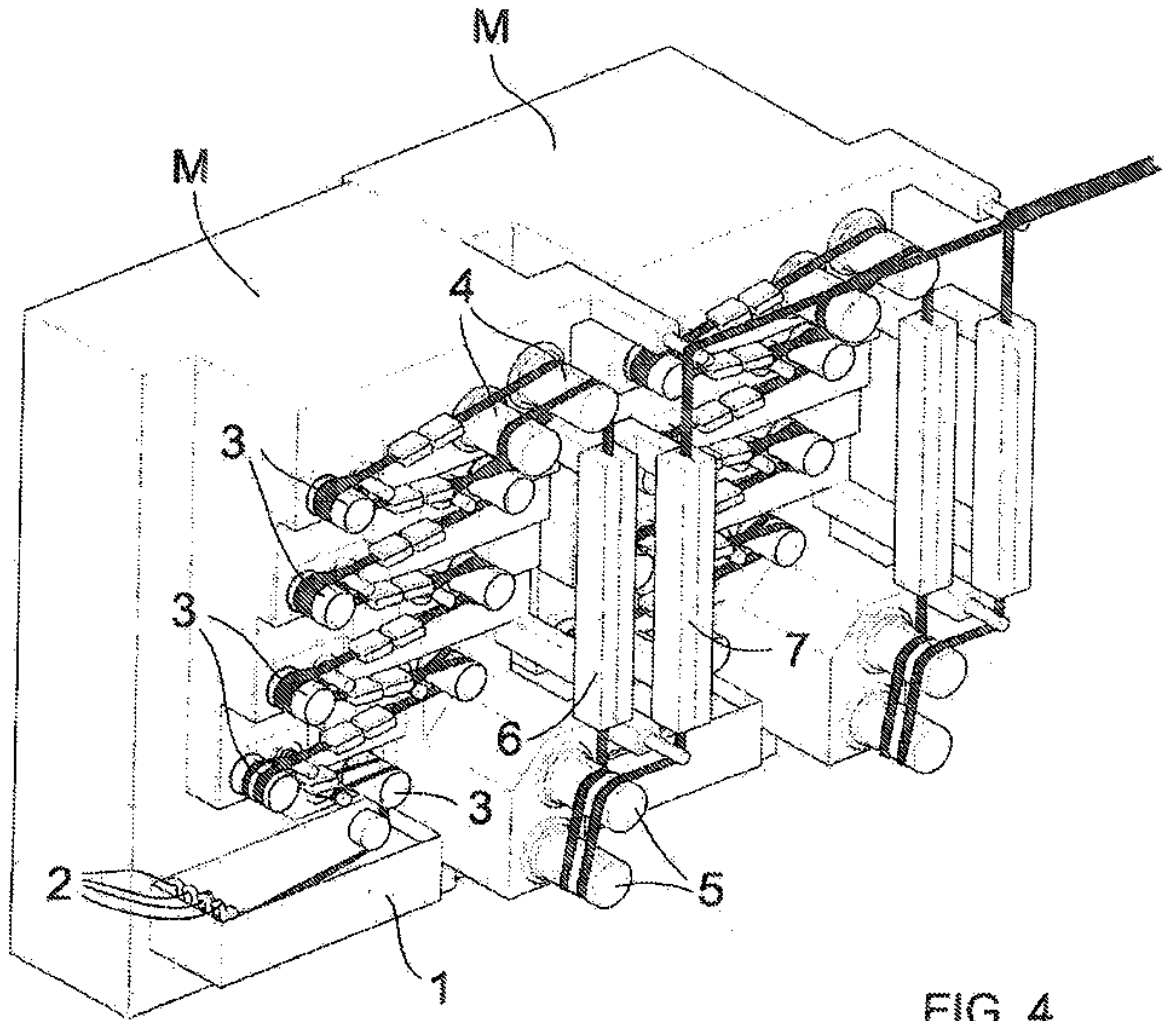


FIG. 4