

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 800 058**

51 Int. Cl.:

F17C 1/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.04.2016 PCT/EP2016/058410**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.10.2016 WO16166326**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.04.2016 E 16719321 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2020 EP 3283812**

54 Título: **Procedimiento de preparación del revestimiento interno de un depósito compuesto de tipo IV para el almacenamiento de fluido a presión**

30 Prioridad:

15.04.2015 FR 1553338

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

23.12.2020

73 Titular/es:

**COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE ET
AUX ÉNERGIES ALTERNATIVES (100.0%)
25, Rue Leblanc, Bâtiment, "Le Ponant D"
75015 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**NONY, FABIEN;
POIDEVIN, JEAN-MICHEL;
DELNAUD, LAURENT;
DESPREZ, BERTRAND y
STEPHANY, JEAN RÉMI**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 800 058 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

5 Procedimiento de preparación del revestimiento interno de un depósito compuesto de tipo IV para el almacenamiento de fluido a presión

Dominio de la técnica

10 La presente invención se refiere a un procedimiento de preparación del revestimiento interno (o envoltura interna) de un depósito compuesto de tipo IV para el almacenamiento de un fluido a presión, tal como hidrógeno, helio o gas natural.

15 Por lo tanto, esta invención encuentra su aplicación en el campo del almacenamiento de fluidos a presión, tal como hidrógeno, en particular con objeto de la alimentación de dispositivos de almacenamiento de energía, tales como pilas de combustible, que pueden ser destinadas a alimentar vehículos.

Estado de la técnica anterior

20 En lo que respecta al almacenamiento de fluidos a presión y, en particular de hidrógeno, hasta la fecha, se han desarrollado cuatro tipos principales de depósitos capaces de contener fluidos a presión:

- los depósitos de "tipo I", que son completamente metálicos;
- los depósitos de "tipo II", que presentan una envoltura metálica con un zunchado, por ejemplo, de fibras de vidrio, sobre su parte cilíndrica;
- 25 - los depósitos de "tipo III", que presentan una envoltura estructural externa de material compuesto (fibras de vidrio o fibras de carbono u otro refuerzo, tal como basalto, fibras de aramida) y un revestimiento o envoltura interno (denominado también recubrimiento) metálico (por ejemplo, de aluminio o acero); y
- los depósitos de "tipo IV", que presentan una envoltura externa de material compuesto a base de un refuerzo fibroso (por ejemplo, fibras de vidrio o fibras de carbono) y una envoltura interna de material polimérico o revestimiento interno (denominado también "recubrimiento), pueden permitir asegurar la contención del fluido y, en particular, la estanqueidad. Este revestimiento interno puede estar equipado con una o dos bases, con mayor frecuencia, metálicas (por ejemplo, de acero o aluminio), que permiten una conexión a un dispositivo de conversión de energía, un dispositivo de llenado o un dispositivo de vaciado.

35 Para los depósitos de tipos I y II, y en concreto aquellos que presentan una envoltura de acero, los estudios sobre la fragilidad del acero han mostrado los límites del uso, en términos de vida útil, de los depósitos metálicos para el almacenamiento de hidrógeno. Más aún, el peso excesivo de este tipo de depósitos no permite prever su uso a alta presión en aplicaciones móviles, tales como su uso para la alimentación de vehículos.

40 Este último inconveniente no se encuentra en los depósitos de tipo III y IV, que, debido al uso de materiales compuestos, para constituir la envoltura se caracterizan por su ligereza, teniendo en cuenta que un depósito de material compuesto presenta una masa inferior de 25 a 75 % a la de un depósito de acero del mismo volumen.

45 Asimismo, esta característica de ligereza hace que los depósitos de tipo IV con refuerzo de carbono sean particularmente atractivos para ser utilizados para el almacenamiento de hidrógeno para aplicaciones móviles, lo que no excluye, sin embargo, que estos depósitos también puedan ser utilizados para aplicaciones estacionarias o transportables. Además, los contenedores de tipo IV pueden presentar costes más bajos y una excelente durabilidad de rendimiento, en concreto en lo que respecta al número de ciclos de llenado/vaciado a alta presión en comparación con los depósitos metálicos que presentan con frecuencia problemas de agrietamiento como consecuencia de la tensión. Por último, los depósitos de tipo IV presentan la mayor densidad de almacenamiento gravimétrico entre las diferentes familias de depósitos gaseosos a presión con materiales de refuerzo idénticos.

50 Además de la envoltura externa de material compuesto y el revestimiento interno de material polimérico, los depósitos de tipo IV pueden comprender también una o dos bases metálicas posicionadas en los extremos del depósito, cuyas bases desempeñan, generalmente, el papel de conectores que permiten una conexión metálica a dispositivos de llenado y/o vaciado y a los dispositivos de conversión de energía. La unión entre el revestimiento interno y la o las bases metálicas constituye una unión particularmente crítica en lo que respecta a la contención de un gas, lo que es aún más cierto en el caso de los gases, cuya molécula es pequeña y, por lo tanto, altamente permeable, como es el caso del helio o el hidrógeno.

60 Resulta, por lo tanto, que la gestión de esta unión en términos de rendimiento y durabilidad constituye de este modo una cuestión fundamental en el diseño de los depósitos para el almacenamiento gaseoso a presión con el objetivo de garantizar su estanqueidad en el conjunto de su rango operativo.

65 Teniendo en cuenta los objetivos de los costes y rendimiento en frío requeridos para el depósito y en concreto para el material que constituye el revestimiento interno, las poliolefinas y, más específicamente, los polietilenos

constituyen los candidatos de elección para la constitución del revestimiento interno, pero, no obstante, presentan como característica que son difíciles de adherir y presentan una baja adherencia sobre los materiales metálicos que se utilizan convencionalmente para constituir las bases (por ejemplo, aluminio, aceros y más específicamente, aceros inoxidables), tanto si estas bases presentan una superficie lisa como si presentan una superficie tratada mecánicamente (por ejemplo, por lijado o limpieza con chorro de arena).

Asimismo, para obtener una adhesión fuerte y duradera entre la base y el revestimiento interno, lo más frecuente es recurrir a tratamientos químicos restrictivos y costosos, tales como:

- 10 - tratamientos de la base con ácidos, tales como ácido nítrico, ácido fosfórico;
- tratamientos de anodizado fosfórico o crómico, cuando la base es de aluminio;
- tratamientos de fosfatado, cuando la base es de acero.

Posteriormente, sobre estas superficies decapadas y/o anodizadas, también se pueden aplicar imprimaciones de adhesión para garantizar una buena adhesión posterior y/o propiedades adicionales como la resistencia a la corrosión.

Paralelamente a las soluciones de tratamiento de superficies, se han desarrollado polímeros modificados derivados de polímeros convencionales, y más específicamente, polímeros injertados, cuyos injertos permiten, en concreto, crear enlaces químicos, por ejemplo, de naturaleza covalente, con las superficies metálicas. Sin embargo, estos polímeros son, en promedio, 10 veces más caros que los polímeros convencionales, de los que se derivan, lo que los hace poco competitivos para constituir la totalidad del revestimiento interno, y presentan el inconveniente de ser difíciles de transformar debido a su propensión a adherirse fuertemente a todas las superficies (tales como las superficies de los moldes).

Como alternativa, el documento WO 2014/014049 describe depósitos a presión, cuya base está constituida en parte por una pieza de plástico, que rodea de inmediato las partes metálicas de la pieza.

En vista de lo anterior, los autores se fijaron como objetivo proponer un procedimiento de fabricación del revestimiento interno de un depósito compuesto de tipo IV que permita obtener una buena interfaz entre la o las bases metálicas y el material constitutivo del revestimiento interno del depósito, debiendo ser la adhesión entre la o las bases y el revestimiento interno lo suficientemente elevada como para evitar problemas de desprendimiento durante las solicitaciones de servicio. El procedimiento también debe ser implementado de manera simple y barata.

35 Descripción de la invención

De esta manera, la invención trata sobre un procedimiento de fabricación de un revestimiento interno de un depósito compuesto de tipo IV que delimita una cavidad interna destinada a recibir un fluido a presión y que comprende al menos una base metálica que permite la conexión entre dicha cavidad interna y el exterior del revestimiento interno, siendo dicha o dichas bases solidarias con el revestimiento interno, comprendiendo dicho procedimiento las siguientes etapas:

a) una etapa de deposición de al menos una capa adherente de un primer polímero sobre la o las partes de la o las bases metálicas destinadas a estar en contacto directo con el material constitutivo del revestimiento interno, siendo dicho primer polímero un polímero que comprende grupos aptos para adherirse a una superficie metálica por formación de enlaces covalentes, siendo dichos grupos seleccionados entre grupos de anhídrido maleico, grupos de silano, grupos de silanol, grupos acrílicos, grupos de peróxido y mezclas de los mismos;

b) una etapa de integración de dicha o dichas bases así recubiertas en un molde cuya cavidad interna tiene una forma correspondiente a la forma del revestimiento interno que se desea obtener;

c) una etapa de formación sobre la pared interna del molde y sobre la parte o las partes de la o las bases destinadas a estar en contacto con el material constitutivo del revestimiento interno, de al menos una capa de un segundo polímero diferente de dicho primer polímero y que se adhiere al primer polímero, formando así el revestimiento interno mencionado anteriormente equipado con la o las bases mencionadas anteriormente, siendo dicho segundo polímero un polímero que comprende una parte de sus unidades de repetición idénticas a las del primer polímero.

Antes de profundizar en la descripción de la invención, se precisan las siguientes definiciones.

Por base metálica, se entiende, en lo que antecede y en lo que sigue, una pieza o inserto metálico que puede permitir la unión o la conexión entre la cavidad interna del revestimiento interno y el exterior del mismo, pudiendo esta pieza permitir el llenado de la cavidad interna, por ejemplo, con un fluido a presión, y/o el vaciado de esta cavidad interna. Desde el punto de vista estructural, puede tratarse de una pieza metálica que consta de un cuerpo cilíndrico hueco abierto en sus extremos, cuando está abierto, estando uno de sus extremos terminado por una brida provista o no de una zona de anclaje mecánico, tal como un reborde, en su periferia, estando dicha base ilustrada, en sección transversal, en la figura 1 adjunta, en la que las referencias 1, 3, 5 representan respectivamente el cuerpo cilíndrico hueco, la brida y el reborde. En esta configuración, el reborde constituye la parte destinada a estar

en contacto directo con el material constitutivo del revestimiento interno.

La presente invención es resultado de una elección doble, la elección de un primer polímero apto para adherirse a la superficie de la base metálica para la realización de la etapa a) mencionada anteriormente y la elección de un segundo polímero apto para adherirse al primer polímero que recubre la base para constituir el revestimiento interno para la realización de la etapa b) mencionada anteriormente.

El hecho de limitar el uso de un polímero apto para adherirse a la superficie de la base metálica (tal como un polímero funcionalizado de manera apropiada para adherirse a una superficie metálica) únicamente para recubrir la base y no para constituir la totalidad del revestimiento interno puede permitir limitar los costes, ya que se acepta convencionalmente que los polímeros que se adhieren a las superficies metálicas son más caros que los polímeros que pueden utilizarse para usar el material del revestimiento interno.

Más aún, el hecho de recubrir previamente la o las partes de la base metálica destinadas a estar en contacto con el revestimiento, con un polímero adherente se mejora significativamente la calidad y la durabilidad o resistencia de la interfaz entre esta base y el revestimiento interno, debido a la capacidad de los polímeros de ser generalmente compatibles entre sí.

De acuerdo con la invención, el procedimiento comprende, en primer lugar, una etapa de deposición de una capa adherente de un primer polímero sobre la o las partes de la o las bases metálicas destinadas a estar en contacto directo con el material constitutivo del revestimiento interno.

Se precisa que, por capa adherente de un primer polímero, se entiende una capa constituida por dicho primer polímero, el cual comprende grupos aptos para adherirse por formación de enlaces covalentes a una superficie metálica (en este caso, la superficie de la base metálica), realizándose la adhesión por la formación de enlaces covalentes entre dichos grupos y dicha superficie metálica. Esto implica que ya no es necesario depositar otra capa de material (por ejemplo, una capa de adhesivo) entre la base metálica y la capa de primer polímero para realizar un ensamblaje eficaz. En otras palabras, la capa adherente del primer polímero está directamente en contacto con la superficie de la o las bases metálicas.

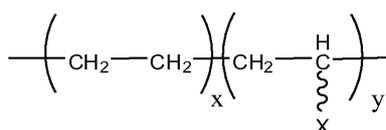
En general, puede tratarse de cualquier grupo que pueda generar enlaces covalentes con especies presentes en la superficie de la o las bases metálicas.

Tales grupos se seleccionan en concreto entre los grupos de anhídrido maleico, grupos de silano, grupos de silanol, grupos acrílicos, grupos de peróxido y mezclas de los mismos.

Más específicamente, el primer polímero puede ser un polímero que comprende una cadena principal que comprende una primera unidad de repetición resultante de la polimerización de un monómero etilénico y que comprende una segunda unidad de repetición que comprende una cadena pendiente que comprende al menos un grupo apto para adherirse a una superficie metálica, pudiendo este grupo ser seleccionado entre los enumerados anteriormente.

Más específicamente, el primer polímero puede ser un polímero perteneciente a la familia de los polietilenos y, más concretamente, un polímero que comprende una unidad de repetición de etileno y una unidad de repetición derivada de dicha unidad de repetición de etileno que comprende una cadena pendiente que consta de al menos un grupo apto para adherirse a una superficie metálica, pudiendo este grupo ser seleccionado entre los enumerados anteriormente.

Dicho polímero puede estar representado por la siguiente fórmula general:



en la que x e y representan los números de repetición de las unidades de repetición entre paréntesis, el enlace ondulado representa una cadena pendiente covalentemente unida al grupo -CH-, a la que se une(n) uno o más grupos X aptos para adherirse a una superficie metálica, tales como los enumerados anteriormente. Con aras de simplicidad de representación, un solo grupo X ha sido representado en esta fórmula.

Como alternativa, puede tratarse de un primer polímero que comprende una cadena principal que comprende una primera unidad de repetición resultante de la polimerización de un monómero etilénico y que comprende, en al menos uno de los extremos de la cadena principal, una función telequímica.

La etapa de deposición mencionada anteriormente puede realizarse mediante diferentes técnicas de deposición,

entre las cuales se puede citar, de manera no exhaustiva, la técnica de deposición por empolvado manual, la técnica por deposición de pintura electrostática y la técnica de deposición en lecho fluidizado.

De acuerdo con la técnica de deposición por empolvado manual, se implementan las siguientes operaciones:

- 5
- una operación de calentamiento de la o las bases metálicas a una temperatura al menos igual a la temperatura de fusión de un polvo del primer polímero;
 - una operación de puesta en contacto de la o las bases así calentadas con un polvo de dicho primer polímero, con lo cual éste se adhiere a la superficie de la o las bases metálicas formando así una capa que recubre dicha o
- 10 dichas bases metálicas, pudiendo esta operación de puesta en contacto ser repetida una o más veces hasta la obtención de una capa de espesor deseado.

Entre dos operaciones de puesta en contacto, si es necesario, la o las bases pueden mantenerse a una temperatura al menos igual a la temperatura de fusión mencionada anteriormente, colocando dicha o dichas bases en un horno calentado a la temperatura adecuada.

15

De acuerdo con la técnica por deposición de pintura electrostática, se entiende que la pintura electrostática comprende una dispersión de polvo del primer polímero, pudiendo esta pintura ser aplicada por proyección sobre la o las bases de una o más capas de pintura. En dos deposiciones de capa, si es necesario y/o al final de la etapa de deposición de la pintura, la o las bases pueden mantenerse a una temperatura al menos igual a la temperatura de fusión mencionada anteriormente (es decir, la del polvo contenido en la dispersión) colocando dicha o dichas bases en un horno calentado a la temperatura adecuada.

20

Por último, de acuerdo con la técnica de deposición en lecho fluidizado, la o las bases metálicas previamente calentadas, generalmente a una temperatura al menos igual a la temperatura de fusión de un polvo del primer polímero, se introducen, convencionalmente, en un receptáculo que contiene dicho polvo puesto en movimiento por un flujo de gas introducido en la base del receptáculo. Las partículas de polvo que entran en contacto con la superficie de la o las bases metálicas calentadas se funden, con lo cual se adhieren a esta superficie formando una capa con un espesor creciente.

25

30

Antes de la etapa de implementación de la etapa a), el procedimiento de la invención puede constar de una etapa de enmascaramiento de la o las partes de la base, para no recubrirlas con una capa del primer polímero (esta o estas partes constituyen posteriormente la o las partes de la base que no estarán en contacto directo con el material constitutivo del revestimiento interno). Más específicamente, esta etapa de enmascaramiento puede consistir en recubrir la o las partes mencionadas anteriormente, por ejemplo, con una pieza de plástico aislante, como una cinta adhesiva resistente al calor (por ejemplo, hasta una temperatura de 200 °C, como puede ser el caso del teflón o de la poliimida) o por cualquier otro medio que impida la deposición de una capa del primer polímero en las zonas no previstas (en particular, las destinadas a estar en contacto directo con las paredes del molde). Cuando la base consta de una o más aberturas, por ejemplo, en forma de un orificio o roscado, éstas pueden ser obturadas, antes de la implementación de la etapa a), por un tapón, por ejemplo, de teflón.

35

40

Antes de la implementación de la etapa a) y las posibles etapas de enmascaramiento y obturación, la o las bases metálicas pueden someterse ventajosamente a una etapa de limpieza o desengrasado, por ejemplo, con un disolvente orgánico, tal como acetona.

45

Como alternativa, podría ser posible anodizar la superficie de la base metálica, en concreto cuando es de aluminio, para que los óxidos presentes en la superficie sean cohesivos o para crear una estructuración específica de la superficie para mejorar aún más el ensamblaje.

Tras la etapa de implementación de la etapa a), el procedimiento comprende una etapa b) de introducción de dicha o dichas bases así recubiertas en un molde cuya cavidad interna tiene una forma que corresponde a la forma del revestimiento interno que se desea obtener, estando esta etapa b) seguida directamente por una etapa de deposición c) sobre la pared interna del molde y sobre la o las partes de la o las bases destinadas a estar en contacto con el material del revestimiento interno, de al menos una capa de un segundo polímero diferente de dicho primer polímero y que se adhiere al primer polímero, formando así el revestimiento mencionado anteriormente solidario con la o las bases metálicas.

50

55

Cuando la base metálica tiene una geometría similar a la ilustrada en la figura 1, la introducción en el molde puede llevarse a cabo de tal manera que la brida esté directamente en contacto con la pared del molde y el cuerpo cilíndrico hueco pase a través una abertura en el molde que presente un diámetro que permita la introducción del cuerpo cilíndrico a través de esta abertura. La figura 2 ilustra la parte de un molde que muestra la base así introducida, las referencias 1, 3, 5 y 7 ilustran respectivamente el cuerpo cilíndrico hueco de la base, la brida, el reborde y la pared del molde en contacto directo con la brida.

60

La formación del revestimiento puede hacerse por procedimientos convencionales de moldeo y, preferentemente, por rotomoldeo.

65

El rotomoldeo comprende convencionalmente las siguientes operaciones:

- 5 i) después de la introducción, en el molde, de la o las bases tratadas de acuerdo con la etapa a) del procedimiento, una operación de llenado de la cavidad interna del molde con un polvo del segundo polímero;
- ii) una operación de calentamiento del molde hasta una temperatura al menos igual a la temperatura de fusión del segundo polímero;
- 10 iii) de manera concomitante con la etapa ii), una operación de rotación del molde, generando así una deposición sobre la pared interna del molde y sobre las partes de la o las bases que emergen en la cavidad interna del molde, con lo cual se obtiene un revestimiento con una forma que corresponde a la geometría interna del molde;
- iv) opcionalmente, una etapa de reiteración de las etapas i) a iii), con el objetivo de producir varias capas del segundo polímero, a fin de obtener un mayor espesor;
- 15 ivi) opcionalmente, una o más etapas de reiteración de las etapas i) a iii) pero con un polvo de otro polímero diferente del segundo polímero a fin de combinar las propiedades del segundo polímero y del otro polímero (por ejemplo, para formar una estructura de tres capas);
- ivii) una operación de enfriamiento para solidificar la deposición o las deposiciones.

20 En particular, la operación de rotación del molde puede llevarse a cabo, ventajosamente, alrededor de dos ejes de rotación generalmente perpendiculares, a fin de provocar una deposición uniforme del segundo polímero sobre la pared interna del molde y sobre las partes de la o las bases que emergen en la cavidad interna del molde.

Este segundo polímero debe ser apto para adherirse al primer polímero.

25 Se precisa que, por capa adherente de un segundo polímero, se entiende una capa constituida por dicho segundo polímero, el cual comprende grupos aptos para adherirse a la superficie de la capa del primer polímero, por ejemplo, por interdifusión de las cadenas poliméricas en la interfaz. Esto implica que no se intercala ninguna otra capa (por ejemplo, una capa adhesiva) para la adherencia entre la capa del primer polímero y la capa del segundo polímero. En otras palabras, la segunda capa de polímero está directamente en contacto con la superficie de la capa del primer polímero.

30 El segundo polímero puede ser un polímero termoplástico y, más específicamente, un polímero perteneciente a la familia de los polietilenos, es decir, que comprende una unidad de repetición de etileno, lo que no excluye la posibilidad de que puedan contener otras unidades de repetición. A modo de ejemplo, puede tratarse de polietilenos convencionales, es decir, polietilenos lineales o ramificados, por ejemplo, que comprenden una sola unidad de repetición de etileno.

35 El segundo polímero también puede ser un polímero perteneciente a la familia de las poliamidas, tales como poliamida-12 o poliamida-11.

40 Preferentemente, este segundo polímero es, ventajosamente, un polímero que comprende una parte de sus unidades de repetición idénticas a las del primer polímero.

45 Por ejemplo, cuando el primer polímero pertenece a la familia de los polietilenos, y más precisamente un polímero que comprende una unidad de repetición de etileno y una unidad de repetición derivada de dicha unidad de repetición de etileno que comprende una cadena pendiente que consta de al menos un grupo apto para adherirse a una superficie metálica, el segundo polímero podrá ser un polímero que comprende únicamente una sola unidad de repetición, que es una unidad de etileno (en cuyo caso el segundo polímero es un polietileno). Como resultado, el segundo polímero se adhiere perfectamente a la capa del primer polímero depositada sobre la o las bases por un mecanismo de autoadhesión o interdifusión de las cadenas poliméricas teniendo en cuenta, en concreto, las temperaturas involucradas. Este mecanismo de autoadhesión o interdifusión también puede producirse cuando el primer polímero y el segundo polímero no constan de unidad o unidades de repetición idénticas, siempre que sean compatibles.

55 Una vez implementada la etapa c), el procedimiento de la invención comprende, convencionalmente, una etapa de desmoldeo del revestimiento interno de las paredes del molde, posiblemente utilizando un agente de desmoldeo, que habrá sido aplicado previamente a la superficie interna del molde (es decir, antes de la etapa de formación del revestimiento interno). El agente de desmoldeo puede ser, por ejemplo, un producto en fase acuosa depositado con pincel y luego lustrado y curado en el molde, formando así una capa sobre la superficie interna del molde. Puede tratarse de productos comerciales suministrados por Chem-trend®, tales como los productos de la gama Chemlease®, o suministrados por Loctite®, tales como los productos de la gama Frekote®, o incluso por Elgadi Chemicals, tales como los productos de la gama Elkoat®. Estos agentes de desmoldeo pueden clasificarse como agentes de desmoldeo semipermanentes, ya que requieren ser reemplazados después de que se haya producido un cierto número de revestimientos internos (por ejemplo, para un número de revestimientos que va de 10 a más de 100).

65 El agente de desmoldeo también puede consistir en un agente de desmoldeo permanente, dicho agente puede

consistir en una capa depositada sobre la superficie interna del molde de un material seleccionado entre teflón, níquel, ballinite®, pudiendo esta capa ser estable para la producción de al menos 1000 revestimientos.

5 Una vez que el revestimiento interno ha sido provisto de su o sus bases, para obtener un depósito de tipo IV, es necesario envolver, a fin de su refuerzo, el revestimiento interno obtenido previamente con un material compuesto con refuerzo fibroso, el cual permitirá asegurar la resistencia mecánica a presión del depósito.

Asimismo, la invención trata, en última instancia, sobre un procedimiento de preparación de un depósito compuesto de tipo IV que comprende las siguientes etapas:

- 10
- una etapa de implementación del procedimiento de preparación de un revestimiento interno de un depósito compuesto de tipo IV, tal como se ha definido anteriormente; y
 - una etapa de deposición, sobre la superficie externa del revestimiento así obtenido en la etapa anterior, de un material fibroso para formar el revestimiento externo del depósito.

15 Esta etapa de deposición puede llevarse a cabo, en concreto, mediante el devanado de filamentos de fibras continuas impregnadas con una resina sobre la superficie externa del revestimiento interno, con lo cual se forma el material compuesto con refuerzo fibroso.

20 Otras características y ventajas de la invención resultarán evidentes tras la siguiente descripción.

Huelga decir, sin embargo, que esta descripción adicional se da solo a modo de ilustración del objeto de la invención y no constituye en modo alguno una limitación de este objeto.

25 **Breve descripción de las figuras**

La figura 1 es una representación, en sección transversal, de una base que puede ser utilizada en el contexto de la implementación del procedimiento de la invención.

30 La figura 2 es una representación, en sección transversal, de una base como la definida en la figura 1 posicionada en un molde utilizable en el contexto de la implementación del procedimiento de la invención.

Descripción de modos de realización particulares

Ejemplo 1

35 En este ejemplo, se ilustra la preparación de un revestimiento interno de un depósito de almacenamiento de fluido a presión que comprende una base de aluminio.

40 Para ello, se procede, en un primer momento, al recubrimiento, por empolvado manual, de la parte de la base que estará directamente en contacto con el material del revestimiento, con un polietileno injertado del tipo Matrix N211 (a saber, un polietileno cuyos injertos comprenden grupos de anhídrido maleico). Esta base es similar a la que se ilustra en la figura 1 adjunta.

45 Más específicamente, para esta etapa, la base metálica se precalienta a una temperatura de 160 °C seguido de 2 pasos sucesivos de la base en un recipiente que contiene un polvo del polietileno injertado mencionado anteriormente, estando cada uno de estos pasos separado por un paso de la base durante 3 minutos en un horno a 160 °C. La base está así recubierta con una capa que presenta un espesor de aproximadamente 0,8 mm.

50 A continuación, en un segundo momento, la base así recubierta se coloca en un molde de rotomoldeo, cuya cavidad interna se llena con un polietileno convencional (es decir, un polietileno que comprende solo la unidad de repetición de etileno) del tipo Matrix 6402 U. A continuación, el molde gira sobre dos ejes ortogonales y se lleva a una temperatura de 210 °C (temperatura máxima registrada del aire en el interior del molde durante el ciclo de fabricación), con lo cual se obtiene un revestimiento de polietileno solidario con la base, que permite una comunicación entre la cavidad interna del revestimiento y el exterior. El conjunto formado por el revestimiento y la base presenta una excelente sujeción, es decir, no hay fenómenos de decohesión entre la superficie de la base y el polietileno injertado y entre el polietileno injertado y el polietileno convencional.

60 Este ensamblaje base/revestimiento interno puede ser sometido a pares de torsión superiores a 100 Nm, sin que se altere la unión. Una sección transversal del ensamblaje tampoco permite que este ensamblaje presente fallos. El ciclado de presión de un depósito que comprende este ensamblaje tampoco revela ninguna decohesión.

Ejemplo 2

65 En este ejemplo, se ilustra la preparación de un revestimiento interno de un depósito de almacenamiento de fluido a presión que comprende una base de aluminio.

Para ello, se procede, en un primer momento, al recubrimiento, por empolvado manual, de la parte de la base que estará directamente en contacto con el material del revestimiento, con un polietileno injertado del tipo Matrix N211 (a saber, un polietileno cuyos injertos comprenden grupos de anhídrido maleico).

- 5 Más específicamente, para esta etapa, la base metálica se precalienta a una temperatura de 160 °C seguido de 2 pasos sucesivos de la base en un recipiente que contiene un polvo del polietileno injertado mencionado anteriormente, estando cada uno de estos pasos separado por un paso de la base durante 3 minutos en un horno a 160 °C. La base está así recubierta con una capa que presenta un espesor de aproximadamente 0,8 mm.
- 10 A continuación, en un segundo momento, la base así recubierta se coloca en un molde de rotomoldeo, cuya cavidad interna se llena con un polietileno reticulable tipo Matrix XL400 (a saber, un polietileno que consta de un agente reticulante del tipo peróxido que permite iniciar la reacción de reticulación a una temperatura de aproximadamente 150 °C). A continuación, el molde gira, con lo cual se obtiene un revestimiento de polietileno reticulado solidario con la base, que permite una comunicación entre la cavidad interna del revestimiento y el exterior. El conjunto formado por el revestimiento y la base presenta una excelente sujeción, es decir, no hay fenómenos de decohesión entre la superficie de la base y el polietileno injertado y entre el polietileno injertado y el polietileno reticulado.
- 15

Ejemplo 3

- 20 En este ejemplo, se ilustra la preparación de un revestimiento interno de un depósito de almacenamiento de fluido a presión que comprende una base de aluminio.

Para ello, se procede, en un primer momento, al recubrimiento, por empolvado manual, de la parte de la base que estará directamente en contacto con el material del revestimiento, con un polietileno injertado del tipo XP 9015 que consta de injertos específicos aptos para aumentar la adhesión y compatible con poliamidas, tal como poliamida-12.

25

Más específicamente, para esta etapa, la base metálica se precalienta a una temperatura de 160 °C seguido de 2 pasos sucesivos de la base en un recipiente que contiene un polvo de poliolefina injertada mencionada anteriormente, estando cada uno de estos pasos separado por un paso de la base durante 3 minutos en un horno a 160 °C. La base está así recubierta con una capa que presenta un espesor de aproximadamente 0,8 mm.

30

A continuación, en un segundo momento, la base así recubierta se coloca en un molde de rotomoldeo, cuya cavidad interna se llena con una cantidad de polvo micronizado de poliamida-12, por ejemplo, de tipo Rilsan® o Matrix ARVO950 adaptado al espesor deseado. A continuación, el molde gira y se lleva a una temperatura máxima de 210 °C, después se enfría, con lo cual se obtiene un revestimiento de poliamida-12 solidario con la base, que permite una comunicación entre la cavidad interna del revestimiento y el exterior. El conjunto formado por el revestimiento y la base presenta una excelente sujeción, es decir, no hay fenómenos de decohesión entre la superficie de la base y el polímero injertado XP9015 y entre el polietileno injertado XP9015 y la poliamida-12.

35

40 Ejemplo 4

En este ejemplo, se ilustra la preparación de un revestimiento interno de un depósito de almacenamiento de fluido a presión que comprende una base de aluminio.

45 Para ello, se procede, en un primer momento, al recubrimiento, por empolvado manual, de la parte de la base que estará directamente en contacto con el material del revestimiento, con un polietileno metaloceno injertado del tipo Lumicéne mPE3671.

Más específicamente, para esta etapa, la base metálica se precalienta a una temperatura de 160 °C seguido de 2 pasos sucesivos de la base en un recipiente que contiene un polvo del polietileno injertado mencionado anteriormente, estando cada uno de estos pasos separado por un paso de la base durante 3 minutos en un horno a 160 °C. La base está así recubierta con una capa que presenta un espesor de aproximadamente 0,8 mm.

50

A continuación, en un segundo momento, la base así recubierta se coloca en un molde de rotomoldeo, cuya cavidad interna se llena con una poliamida-11 y se lleva a aproximadamente 220 °C. A continuación, el molde gira, con lo cual se obtiene un revestimiento de poliamida-11 solidario con la base, que permite una comunicación entre la cavidad interna del revestimiento y el exterior. El conjunto formado por el revestimiento y la base presenta una excelente sujeción, es decir, no hay fenómenos de decohesión entre la superficie de la base y el polietileno injertado y entre el polietileno injertado y la poliamida-11.

55

60 Ejemplo comparativo 1

En este ejemplo, se ilustra la preparación de un revestimiento interno de un depósito de almacenamiento de fluido a presión que comprende una base de aluminio.

65

Para ello, se procede, en un primer momento, al desengrasado de la base de aluminio, ya que no está recubierta

con un polímero adherente, como ocurre en el procedimiento de la invención.

- 5 A continuación, en un segundo momento, la base se coloca en un molde de rotomoldeo, cuya cavidad interna se llena con un polietileno convencional (es decir, un polietileno que comprende solo una unidad de repetición de etileno) del tipo Matrix 6402 U. A continuación, el molde gira sobre dos ejes ortogonales y se lleva a una temperatura de 210 °C (temperatura máxima registrada del aire en el interior del molde durante el ciclo de fabricación), con lo cual se obtiene un revestimiento de polietileno solidario con la base, que permite una comunicación entre la cavidad interna del revestimiento y el exterior.
- 10 Después del enfriamiento, se constata, sobre una parte de aproximadamente 800 mm de longitud, una decohesión de la base metálica con el polímero constitutivo del revestimiento inducido por la contracción térmica del polímero.

El análisis visual revela que las dos superficies son completamente lisas y la ausencia total de adhesión.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de un revestimiento interno de un depósito compuesto de tipo IV que delimita una cavidad interna destinada a recibir un fluido a presión y que comprende al menos una base metálica que permite la conexión entre dicha cavidad interna y el exterior del revestimiento interno, siendo dicha o dichas bases solidarias con el revestimiento interno, comprendiendo dicho procedimiento las siguientes etapas:
- 5
- a) una etapa de deposición de al menos una capa adherente de un primer polímero sobre la o las partes de la o las bases metálicas destinadas a estar en contacto directo con el material constitutivo del revestimiento interno, siendo dicho primer polímero un polímero que comprende grupos aptos para adherirse a una superficie metálica por formación de enlaces covalentes, siendo dichos grupos seleccionados entre grupos de anhídrido maleico, grupos de silano, grupos de silanol, grupos acrílicos, grupos de peróxido y mezclas de los mismos;
- 10
- b) una etapa de integración de dicha o dichas bases así recubiertas en un molde cuya cavidad interna tiene una forma correspondiente a la forma del revestimiento interno que se desea obtener;
- 15
- c) una etapa de formación sobre la pared interna del molde y sobre la o las partes de la o las bases destinadas a estar en contacto con el material constitutivo del revestimiento interno, de al menos una capa de un segundo polímero diferente de dicho primer polímero y que se adhiere al primer polímero, formando así el revestimiento interno mencionado anteriormente equipado con la o las bases mencionadas anteriormente, siendo dicho segundo polímero un polímero que comprende una parte de sus unidades de repetición idénticas a las del primer polímero.
- 20
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el primer polímero es un polímero que comprende una cadena principal que comprende una primera unidad de repetición resultante de la polimerización de un monómero etilénico y que comprende una segunda unidad de repetición que comprende una cadena pendiente que comprende al menos un grupo apto para adherirse a una superficie metálica tal como se define en la reivindicación 1.
- 25
3. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el primer polímero es un polímero perteneciente a la familia de los polietilenos.
- 30
4. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que el primer polímero es un polímero que comprende una unidad de repetición de etileno y una unidad de repetición derivada de dicha unidad de repetición de etileno que comprende una cadena pendiente que consta de al menos un grupo apto para adherirse a una superficie metálica, siendo este grupo seleccionado entre los enumerados en la reivindicación 1.
- 35
5. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa de deposición a) se lleva a cabo por la técnica de deposición por empolvado manual, la técnica por deposición de pintura electrostática o la técnica de deposición en lecho fluidizado.
- 40
6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa c) se lleva a cabo por rotomoldeo.
- 45
7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el segundo polímero es un polímero termoplástico.
- 45
8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el segundo polímero es un polímero perteneciente a la familia de los polietilenos o a la familia de las poliamidas.
- 50
9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que cuando el segundo polímero es un polímero perteneciente a la familia de los polietilenos, es un polietileno lineal o ramificado.
- 50
10. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que, cuando el segundo polímero es un polímero perteneciente a la familia de las poliamidas, se trata de una poliamida-11 o una poliamida-12.
- 55
11. Procedimiento de preparación de un depósito compuesto de tipo IV que comprende las siguientes etapas:
- una etapa de implementación del procedimiento de preparación de un revestimiento interno de un depósito compuesto de tipo IV tal como se define de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10; y
 - una etapa de deposición, sobre la superficie externa del revestimiento así obtenido en la etapa anterior, de un material fibroso para formar el revestimiento externo del depósito.
- 60

