

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 815 398**

51 Int. Cl.:

D01F 9/22 (2006.01)

D01F 9/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.11.2015 PCT/US2015/062091**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.06.2016 WO16089645**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.11.2015 E 15816280 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.06.2020 EP 3227479**

54 Título: **Proceso continuo de carbonización y sistema para producir fibras de carbono**

30 Prioridad:

05.12.2014 US 201462087900 P

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

29.03.2021

73 Titular/es:

**CYTEC INDUSTRIES INC. (100.0%)
504 Carnegie Center
Princeton, NJ 08540, US**

72 Inventor/es:

**DESPANDE, GIRISH, VISHNUKANT;
MEECE, BARRY, DEWAYNE y
FENNELL, ROBERT, PHIL**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 815 398 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

Proceso continuo de carbonización y sistema para producir fibras de carbono

Antecedentes

5 Las fibras de carbono se han usado en una amplia variedad de aplicaciones debido a sus propiedades deseables como, por ejemplo, alta resistencia y rigidez, alta resistencia química y baja dilatación térmica. Por ejemplo, las fibras de carbono pueden formarse en una parte estructural que combina la alta resistencia y la alta rigidez, mientras tiene un peso que es significativamente más ligero que un componente de metal de propiedades equivalentes. Las fibras de carbono se están usando cada vez más como componentes estructurales en materiales compuestos para aplicaciones aeroespaciales. En particular, se han desarrollado materiales compuestos en los cuales las fibras de carbono sirven como un material de refuerzo en una resina o matriz cerámica.

10 Con el fin de satisfacer las rigurosas demandas de la industria aeroespacial, es deseable desarrollar, de forma continua, nuevas fibras de carbono que tengan tanto alta resistencia a la tracción (1.000 ksi (6,89 GPa) o mayor) como módulo alto de elasticidad (50 Msi (3,44 MPa) o mayor), así como ningún defecto de superficie o defectos internos. Las fibras de carbono que tienen, de manera individual, resistencia a la tracción y módulo más altos pueden usarse en menores cantidades que las fibras de carbono con menor resistencia y aún lograr la misma resistencia total para una parte compuesta dada reforzada con fibra de carbono. Como resultado, la parte compuesta que contiene las fibras de carbono pesa menos. Una reducción del peso estructural es importante para la industria aeroespacial porque aumenta la eficacia del combustible y/o aumenta la capacidad de carga de la aeronave mediante la incorporación de dicha parte compuesta.

15 El estado de la técnica relevante incluye: el documento GB 2 184 819 que describe un sistema de horno para carbonizar, parcialmente, fibras previamente oxidadas para la posterior carbonización, el documento EP 0 516 051 que describe un método para producir, de manera continua, fibra de carbono que comprende utilizar un horno horizontal, el documento EP 0 338 212 que describe una fibra de carbono derivada de la brea con características equilibradas de resistencia a la tracción y módulo y el documento US 4 100 004 que describe un método para fabricar fibra de carbono, que comprende un haz de fibras multifilamento pesado comercial formado a partir de un poliacrilonitrilo o copolímero.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 ilustra, de forma esquemática, un proceso continuo de carbonización y un sistema según una realización de la presente descripción.

20 La Figura 2 representa una configuración a modo de ejemplo para un soporte de transmisión que puede usarse en el método de carbonización descrito en la presente memoria.

La Figura 3 muestra un soporte de transmisión con una cámara hermética que abarca los rodillos giratorios de un soporte de transmisión, según una realización de la presente descripción.

La Figura 4 ilustra un proceso y sistema de carbonización según otra realización.

25 La Figura 5 ilustra un proceso y sistema de carbonización según otra realización.

Descripción detallada

30 Las fibras de carbono pueden fabricarse mediante la formación de un precursor de fibra de poliacrilonitrilo (PAN) (a saber, fibra blanca), luego mediante la conversión del precursor de fibra en un proceso de múltiples etapas en el cual el precursor de fibra se calienta, oxida y carboniza para producir una fibra que es 90% o más de carbono. Para fabricar el precursor de fibra de PAN, una solución de polímero de PAN (a saber, "solución" de hilado) se encuentra normalmente sujeta al hilado húmedo convencional y/o hilado de entrehierro. En el hilado húmedo, la solución se filtra y extruye a través de agujeros de una hilera (hecha de metal) en un baño de coagulación de líquidos para que el polímero forme filamentos. Los agujeros de la hilera determinan el cómputo de filamentos deseado de la fibra de PAN (p.ej., 3.000 agujeros para una fibra de carbono de 3K). En el hilado de entrehierro, la solución de polímero se filtra y extruye en el aire a partir de la hilera y luego los filamentos extruidos se coagulan en un baño de coagulación. Los filamentos hilados se someten luego a un primer estirado para impartir orientación molecular a los filamentos, lavado, secado y luego se someten a un segundo estirado para mayor estiramiento. El estirado se lleva a cabo, en general, en un baño como, por ejemplo, baño de agua caliente o vapor.

35 Para convertir los precursores de fibra de PAN o fibras blancas en fibras de carbono, las fibras blancas de PAN están sujetas a oxidación y carbonización. Durante la etapa de oxidación, las fibras blancas de PAN se alimentan bajo tensión o se relajan a través de uno o más hornos especializados, hacia los cuales se alimenta aire caliente.

5 Durante la oxidación, a la que también se hace referencia como estabilización oxidativa, las fibras de precursor de PAN se calientan en una atmósfera de oxidación a una temperatura de entre alrededor de 150°C a 350°C, preferiblemente de 300°C para provocar la oxidación de las moléculas precursoras de PAN. El proceso de oxidación combina moléculas de oxígeno del aire con la fibra de PAN y hace que las cadenas de polímero comiencen la reticulación y, de esta manera, se aumenta la densidad de la fibra. Una vez que la fibra se estabiliza, se procesa más por carbonización a través de un tratamiento de calor adicional en un entorno de no oxidación. Normalmente, la carbonización tiene lugar a temperaturas que superan los 300°C y en una atmósfera de nitrógeno. La carbonización resulta en la extracción de heteroátomos y en el desarrollo de moléculas de carbono planas como el grafito y, en consecuencia, produce una fibra de carbono final que tiene más de 90 por ciento de contenido de carbono.

10 En los procesos de carbonización convencionales para producir fibras de carbono, el aire queda atrapado dentro de los haces de fibras y se desplaza con los haces a medida que estos entran en los hornos de calentamiento. El oxígeno se lleva por los haces hacia los hornos, en los poros de los haces y entre los filamentos en el haz. El nitrógeno en la garganta del horno quita parte de dicho oxígeno. Una vez que las fibras se exponen a la atmósfera de alta temperatura dentro de un horno de carbonización, el aire saldrá del haz debido a la dilatación térmica. Durante la carbonización, las especies oxidativas sobre la superficie de la fibra de carbono, formadas por la reacción del oxígeno en los haces de fibras con los filamentos de fibra de carbono en los haces de fibras, se carbonizan. El oxígeno se combina con un átomo de carbono de la superficie de un filamento y se pierde como monóxido de carbono. El defecto introducido en la superficie de fibra de carbono debido a la oxidación, similar al grabado, permanece sobre la superficie de fibra durante la carbonización y no se cura totalmente. Dicho defecto provoca la reducción de la resistencia a la tracción. Existen muchas soluciones propuestas en la bibliografía y llevadas a cabo en la práctica para quitar el aire de los haces de fibras a medida que entran en un horno. Sin embargo, dichas soluciones no proveen una manera eficaz de evitar que el aire entre en los haces durante su pasaje entre hornos.

15 En la presente memoria, se describe un método continuo de carbonización para la carbonización de una fibra precursora de poliacrilonitrilo (PAN) oxidada continua, en donde la fibra que abandona el sistema de carbonización es una fibra carbonizada que se ha expuesto a una atmósfera que comprende 5% o menos, preferiblemente 0,1% o menos, más preferiblemente 0%, en volumen de oxígeno durante su pasaje de un horno de alta temperatura al siguiente horno de alta temperatura.

20 El método de carbonización de la presente descripción implica el uso de dos o más hornos de calentamiento que se disponen de manera adyacente entre sí en una relación de extremo a extremo en serie y se configuran para calentar la fibra hasta diferentes temperaturas a medida que la fibra atraviesa los hornos. Dos o más soportes de transmisión con rodillos de transmisión se posicionan a lo largo del pasaje de fibras. La salida de cada horno se conecta a la entrada del siguiente horno por un cerramiento sustancialmente hermético que puede abarcar los rodillos de transmisión de un soporte de transmisión.

25 Según una realización, el método y sistema continuos de carbonización de la presente descripción se ilustran, de forma esquemática, en la Figura 1. En la presente realización, una fibra 10 precursora de poliacrilonitrilo oxidado (PAN) continua provista por una fileta 11 se lleva a través de un sistema de carbonización que incluye:

- a) un primer soporte 12 de transmisión que lleva una serie de rodillos que rotan a una primera velocidad (V1);
- b) un horno 13 de precarbonización;
- 30 c) un segundo soporte 14 de transmisión que lleva una serie de rodillos que rotan a una segunda velocidad (V2) que es mayor que o igual a V1 (o $V2 \geq V1$);
- d) un horno 15 de carbonización; y
- e) un tercer soporte 16 de transmisión que lleva una serie de rodillos de transmisión que rotan a una tercera velocidad (V3) que es menor que o igual a V2 ($V3 \leq V2$).

35 La fibra 10 precursora puede ser en la forma de un haz de fibras que es un grupo de múltiples filamentos de fibra, p.ej., 1.000 a 50.000. Un solo haz de fibras puede proveerse de la fileta al primer soporte 12 de transmisión o, de manera alternativa, múltiples filetas se proveen para proveer dos o más haces que se desplazan en paralelo a través del sistema de carbonización. Una fileta multiposición puede también usarse para proveer dos o más haces al soporte 12 de transmisión.

40 El horno 13 de precarbonización puede ser un horno de calentamiento de gradiente de una sola zona o de múltiples zonas que funciona dentro de un rango de temperatura de 300°C a 700°C, preferiblemente, es un horno de múltiples zonas con al menos cuatro zonas de calentamiento de temperaturas sucesivamente más altas. El horno 15 de carbonización puede ser un horno de calentamiento de gradiente de una sola zona o múltiples zonas que funciona a una temperatura de más de 700°C, preferiblemente 800°C-1500°C u 800°C-2800°C, preferiblemente es un horno de

múltiples zonas con al menos cinco zonas de calentamiento de temperaturas sucesivamente más altas. Durante el pasaje de fibras a través de los hornos de precarbonización y carbonización, la fibra se expone a una atmósfera gaseosa no oxidante que contiene un gas inerte, p.ej., nitrógeno, helio, argón, o una mezcla de ellos, como un componente principal. El tiempo de permanencia de la fibra precursora a través del horno de precarbonización puede encontrarse en un rango de 1 a 4 minutos, y el tiempo de permanencia a través del horno de carbonización puede encontrarse en un rango de 1 a 5 minutos. La velocidad de línea de la fibra a través de los hornos puede ser de 0,5 m/min a 4 m/min.

En una realización preferida, los hornos de precarbonización y carbonización son hornos horizontales que se disponen de forma horizontal con respecto al trayecto de la fibra precursora. Una alta cantidad de subproductos volátiles y alquitranes se generan durante la precarbonización, como tal, el horno de precarbonización se configura para retirar dichos subproductos y alquitranes. Ejemplos de hornos apropiados son aquellos descritos en la patente de Estados Unidos No. 4,900,247 y en la patente europea No. EP 0516051.

La Figura 2 ilustra, de forma esquemática, una configuración a modo de ejemplo para los soportes 12 y 16 de transmisión. El soporte de transmisión lleva múltiples rodillos 20 de transmisión, los cuales se disponen para proveer un trayecto de bobinado/serpentina para la fibra precursora. El soporte de transmisión también tiene rodillos de tensión (los cuales son giratorios, pero no impulsados) para guiar la fibra precursora hacia y fuera del soporte de transmisión. Los rodillos de transmisión de cada soporte de transmisión se dirigen para rotar a una velocidad relativa por un controlador de velocidad variable (no se muestra).

Con referencia a la Figura 1, el pasaje de fibras precursoras entre el horno 13 de precarbonización y el horno 15 de carbonización se encuentra cercado para evitar que el aire de la atmósfera circundante entre en los hornos. Además, los rodillos del segundo soporte 14 de transmisión quedan abarcados en una cámara hermética. La cámara hermética se ubica entre y se conecta al horno 13 de precarbonización y al horno 15 de carbonización de modo que el aire de la atmósfera circundante no puede entrar en el horno de precarbonización, el horno de carbonización o la cámara hermética que cercaban los rodillos del segundo soporte 14 de transmisión.

La Figura 3 ilustra un soporte 30 de transmisión a modo de ejemplo con una cámara 31 sustancialmente hermética que abarca los rodillos 32 de transmisión. La cámara 31 sustancialmente hermética tiene una puerta 33 de acceso que puede abrirse para permitir "colgar" la fibra precursora a través de los hornos al comienzo del proceso de carbonización. El término "colgar" se refiere al proceso de envolver los haces alrededor de los rodillos y ensartar los haces a través de los hornos con anterioridad a la puesta en marcha del proceso de carbonización. Preferiblemente, la puerta 33 de acceso tiene un panel transparente (p.ej., vidrio) de modo que los rodillos 32 son visibles al operador. El soporte 30 de transmisión también tiene rodillos de tensión para guiar la fibra hacia y fuera del soporte de transmisión. Además, el trayecto 34 de pasaje entre la cámara 31 y el horno adyacente queda cercado.

Según una realización, la cámara sustancialmente hermética que abarca el soporte de transmisión se sella para mantener un diferencial de presión positiva con respecto a la presión atmosférica. Sin embargo, las cámaras herméticas se configuran para permitir un escape controlado de gas inerte a la atmósfera, p.ej., mediante conductos de ventilación o dejando algunas costuras/uniones sin sellar, con el fin de prevenir la acumulación de presión en la cámara. Se prefiere que no se aplique ningún aspirado a la cámara hermética. Asimismo, se prefiere que, aparte de los rodillos giratorios y rodillos guías descritos más arriba, no haya otras estructuras como, por ejemplo, rodillos de presión, que tengan contacto físico con la fibra precursora durante su pasaje del horno de precarbonización al horno de carbonización. La presencia de rodillos de presión probablemente causará abrasión a la fibra, lo cual, a su vez, resulta en fibras de pelo largo. Sin embargo, los rodillos de soporte y las celdas de carga pueden usarse para tratar el efecto de la catenaria. El término "efecto de la catenaria" se refiere al fenómeno donde el haz de fibras se hunde debido a su propio peso cuando recorre largas distancias sin soporte de rodillos.

Durante el funcionamiento del sistema de carbonización que se muestra en la Figura 1, la fibra 10 precursora de PAN oxidada provista por la fileta 11 tiene un contacto de envoltura directo con los rodillos de transmisión del primer soporte 12 de transmisión en un trayecto de bobinado/serpentina antes de entrar en el horno 13 de precarbonización, y la fibra precursora que abandona el horno 13 de precarbonización entonces tiene contacto de envoltura directo con los rodillos de transmisión del segundo soporte 14 de transmisión antes de entrar en el horno 15 de carbonización. El tercer soporte 16 de transmisión no se encuentra cercado y es igual al primer soporte 12 de transmisión. El diferencial de velocidad relativo entre el primer soporte 12 de transmisión y el segundo soporte 14 de transmisión se diseña para estirar la fibra hasta un 12% para aumentar la orientación. Durante su pasaje a través del horno 15 de carbonización, la fibra puede contraerse hasta una cantidad predeterminada, hasta el 6%, por el diferencial de velocidad entre el segundo soporte 14 de transmisión y el tercer soporte 16 de transmisión. La cantidad de estiramiento y/o relajación entre cada par de soportes de transmisión variará dependiendo de las propiedades de producto requeridas para el producto final.

La Figura 4 ilustra otra realización del sistema de carbonización. El sistema que se muestra en la Figura 4 es similar al que se muestra en la Figura 1 con la diferencia de la incorporación de un segundo horno 24 de precarbonización

entre el primer horno 22 de precarbonización y el horno 26 de carbonización. El segundo horno 24 de precarbonización está funcionando a una temperatura cercana a la temperatura ambiente (20°C-30°C). El primer soporte 21 de transmisión (no cercado) y el segundo soporte 23 de transmisión (cercado) son como se describe más arriba con referencia a los soportes de transmisión que se muestran en las Figuras 2 y 3, respectivamente. Un soporte 25 de transmisión cercado opcional puede proveerse entre el segundo horno 24 de precarbonización y el horno 26 de carbonización. El soporte 25 de transmisión cercado es según se describe más arriba y como se muestra en la Figura 3. Si el soporte 25 de transmisión cercado no está presente, entonces el trayecto de pasaje entre el segundo horno 24 de precarbonización y el horno 26 de carbonización se acerca y es sustancialmente hermético sin estructuras allí para tener contacto físico con la fibra que pasa, pero, de manera opcional, pueden proveerse rodillos de soporte para evitar que la fibra se hunda según se ha descrito previamente. El primer soporte 21 de transmisión y el cuarto soporte 27 de transmisión no se encuentran cercados. Los rodillos de transmisión del segundo soporte 23 de transmisión están rotando a una velocidad más alta con respecto a los rodillos de transmisión del primer soporte 21 de transmisión para proveer estiramiento. Si el tercer soporte 25 de transmisión está presente, sus rodillos de transmisión están rotando a aproximadamente la misma velocidad que la de los rodillos del segundo soporte 23 de transmisión. Los rodillos de transmisión del soporte 27 de transmisión están rotando hasta 6% más lentamente que el soporte 23 de transmisión para alojar la contracción de la fibra a través de la carbonización.

La Figura 5 ilustra incluso otra realización del sistema de carbonización. En la presente realización, la fibra carbonizada que abandona el horno 26 de carbonización atraviesa un cuarto soporte 27 de transmisión cercado opcional, luego atraviesa un horno de grafitización de una sola zona o de múltiples zonas, con anterioridad a su pasaje a través de un quinto soporte 29 de transmisión (que no se encuentra cercado). El tercer soporte 25 de transmisión y el cuarto soporte 27 de transmisión son opcionales, pero, si están presentes, entonces los rodillos del cuarto soporte 27 de transmisión están rotando a una velocidad más lenta que la de los rodillos de transmisión del tercer soporte 25 de transmisión. El trayecto del pasaje entre el horno de carbonización y el soporte 27 de transmisión (si estuviera presente) está cercado y es hermético según se describe más arriba, así como el trayecto del pasaje entre el soporte 27 de transmisión y el horno de grafitización. Si el cuarto soporte 27 de transmisión no está presente, entonces el trayecto del pasaje entre el horno 26 de carbonización y el horno 28 de grafitización se acerca y es sustancialmente hermético sin estructuras allí para tener contacto físico con la fibra que pasa, pero pueden usarse rodillos de soporte y celdas de carga para tratar el efecto de la catenaria descrito más arriba. El horno de grafitización funciona dentro de un rango de temperatura de más de 700°C, preferiblemente de 900°C a 2800°C, en algunas realizaciones, de 900°C a 1500°C. La fibra que atraviesa el horno de grafitización se expone a una atmósfera gaseosa no oxidante que contiene un gas inerte, p.ej., nitrógeno, helio, argón, o una mezcla de ellos. El tiempo de permanencia de la fibra a través del horno de grafitización puede encontrarse en el rango de 1,5 a 6,0 minutos. La grafitización puede resultar en fibras que superan el 95% de contenido de carbono. Según una realización, la carbonización se lleva a cabo en el rango de 700°C-1500°C, luego la grafitización se lleva a cabo en el rango de 1500°C-2800°C. A 2800°C, la grafitización puede resultar en fibras que superan el 99% de contenido de carbono. Si el horno 26 de carbonización tiene más de cinco zonas de calentamiento de gradiente y la temperatura de calentamiento del horno de carbonización puede alcanzar hasta 1500°C o más, entonces el horno de grafitización no se necesita.

Las Figuras 1 y 4 muestran la fibra 10 de PAN oxidada como provista por la fileta 11, pero, de manera alternativa, la carbonización puede ser parte de un proceso continuo de oxidación y carbonización. En dicho caso, un precursor de fibra de PAN pasa, primero, a través de uno o más hornos o zonas de oxidación para afectar la transformación química interna completa de precursor de PAN a fibra estabilizada, como se conoce en la técnica. Luego, sin retardo, la fibra oxidada/estabilizada avanza a través del sistema de carbonización descrito con referencia a la Figura 1. En otras palabras, la fibra oxidada puede avanzar directamente de un horno de oxidación al primer soporte de transmisión en la Figura 1 o Figura 4.

Las fibras de carbono tratadas según el proceso de carbonización descrito en la presente memoria están sustancialmente libres de oxígeno atrapado durante el proceso de carbonización, lo cual resulta en menos daño a la superficie de la fibra, y son de una alta resistencia a la tracción (p.ej., 800 ksi o 5,5 GPa) y alto módulo de tracción (p.ej., 43 Msi o 296 GPa).

Después de completar la carbonización y grafitización (si se incluyera), la fibra carbonizada puede entonces estar sujeta a uno o más tratamientos adicionales que incluyen tratamientos de superficie y/o dimensionamiento, ya sea de manera inmediata en un proceso de flujo continuo o después de un retardo. Los tratamientos de superficie incluyen oxidación anódica en la cual la fibra atraviesa uno o más baños electroquímicos. Los tratamientos de superficie pueden ayudar a mejorar la adhesión de la fibra a resinas de matriz en el material compuesto. La adhesión entre la resina de matriz y la fibra de carbono es un criterio importante en un compuesto de polímero reforzado con fibra de carbono. Como tal, durante la fabricación de la fibra de carbono, el tratamiento de la superficie puede llevarse a cabo después de la oxidación y carbonización para mejorar dicha adhesión.

5 El dimensionamiento normalmente implica pasar las fibras a través de un baño que contiene un material dispersable en agua que forma una cubierta o película de superficie para proteger la fibra del daño durante su uso. En la fabricación del compuesto, el material dispersable en agua es, en general, compatible con la resina de matriz que se pretende para el material compuesto. Por ejemplo, las fibras carbonizadas pueden tener la superficie tratada en un baño electroquímico, y luego dimensionada con una cubierta protectora para su uso en la preparación de materiales compuestos estructurales como, por ejemplo, preimpregnados.

Ejemplos

Ejemplo 1

10 Un proceso de carbonización se ha ejecutado mediante el uso de la configuración que se muestra en la Figura 5 con el soporte de transmisión # 4 (27) cercado. Un haz de fibras oxidadas compuesto de 3000 filamentos atravesó el soporte de transmisión # 1 que estaba funcionando a una velocidad V1 de 2,8 p/min (85,34 cm/min) y luego a través del primer horno (22) de precarbonización donde las fibras se calentaron hasta un rango de temperatura de alrededor de 460°C a alrededor de 700°C y mientras el gas de nitrógeno incidía en el haz de fibras. Durante el pasaje a través del primer horno de precarbonización, el haz se estiró alrededor de 7,1% con respecto a la longitud original del haz de fibras precursoras. El soporte de transmisión # 2 (23) estaba funcionando a una velocidad V2 de 15 3,0 p/min (91,44 cm/min). El haz de fibras entonces atravesó el segundo horno (24) de precarbonización que estaba funcionando a temperatura ambiente.

20 A continuación, el haz previamente calentado y precarbonizado atravesó un horno (26) de carbonización con cinco zonas de calentamiento donde el haz se calentó de alrededor de 700°C a 1300°C, y luego atravesó un horno (28) de grafitización de una zona donde el haz se calentó a una temperatura de alrededor de 1300°C, mientras mantenía una contracción (estiramiento negativo) del haz de alrededor de -3,0%. Los soportes de transmisión # 3 y 4 no se utilizaron. El soporte de transmisión # 5 estaba funcionando a una velocidad de 2,91 p/min (88,7 cm/min).

El haz de fibras de carbono resultante tuvo una alta resistencia a la tracción promedio (n=6) de alrededor de 815.000 psi (5,62 Gpa) y un módulo de tracción promedio (n=6) de alrededor de 43.100.000 psi (297,2 Gpa).

25 Ejemplo 2

En aras de la comparación, el proceso del ejemplo 1 se ha repetido con la excepción de que el cerramiento para el soporte de transmisión # 4 en la Figura 5 estaba abierto. El haz de fibras de carbono resultante tuvo una resistencia a la tracción promedio (n=6) de alrededor de 782.000 psi (5,39 Gpa) y un módulo de tracción promedio (n=6) de alrededor de 43.000.000 psi (296,5 Gpa). Como puede verse a partir de los resultados, el haz de fibras de carbono producido en el ejemplo 2 es más bajo en resistencia a la tracción que el producido en el ejemplo 1.

35 Mientras varias realizaciones se describen en la presente memoria, se apreciará a partir de la memoria descriptiva que varias combinaciones de elementos, variaciones de realizaciones descritas en la presente memoria pueden llevarse a cabo por las personas con experiencia en la técnica, y se encuentran dentro del alcance de la presente descripción. Además, muchas modificaciones pueden llevarse a cabo para adaptar una situación o material particulares a las enseñanzas de las realizaciones descritas en la presente memoria sin apartarse del alcance esencial de ella. Por lo tanto, se pretende que la invención reivindicada no se limite a las realizaciones particulares descritas en la presente memoria, sino que la invención reivindicada incluya todas las realizaciones que caigan dentro del alcance de las reivindicaciones anexas.

40

REIVINDICACIONES

1. Un método de carbonización continuo que comprende pasar una fibra precursora continua de poliacrilonitrilo (PAN) oxidada a través de un sistema de carbonización, dicho sistema de carbonización comprendiendo:
- 5 a) un primer soporte de transmisión que comprende una serie de rodillos de transmisión que rotan a una primera velocidad (V1);
- b) un horno de precarbonización configurado para contener gas inerte y proveer calor en un rango de temperatura de 300°C a 700°C;
- c) un horno de carbonización configurado para contener gas inerte y proveer calor en un rango de temperatura de más de 700°C, preferiblemente 800°C-2800°C;
- 10 d) una primera cámara sustancialmente hermética ubicada entre y conectada al horno de precarbonización y al horno de carbonización de modo que el aire de la atmósfera circundante no puede entrar en el horno de precarbonización, horno de carbonización o cámara hermética;
- e) un segundo soporte de transmisión que comprende una serie de rodillos de transmisión que rotan a una segunda velocidad (V2) que es mayor que o igual a V1 (o $V2 \geq V1$), la segunda transmisión posicionándose entre el horno de precarbonización y el horno de carbonización, y los rodillos de transmisión del segundo soporte de transmisión se encuentran cercados por dicha cámara hermética,
- 15 en donde la fibra de PAN oxidada hace contacto de envoltura directo con los rodillos del primer soporte de transmisión antes de entrar en el horno de precarbonización, y la fibra precursora que abandona el horno de precarbonización tiene entonces contacto de envoltura directo con los rodillos del segundo soporte de transmisión
- 20 antes de entrar en el horno de carbonización, y
- en donde la fibra que abandona el horno de carbonización es una fibra carbonizada que se ha expuesto a una atmósfera que comprende 5% o menos, preferiblemente 0,1% o menos, en volumen de oxígeno durante su pasaje del horno de precarbonización al horno de carbonización.
2. El método continuo de carbonización de la reivindicación 1, que además comprende:
- 25 un tercer soporte de transmisión que comprende una serie de rodillos de transmisión que rotan a una tercera velocidad (V3) que es menor que o igual a V2, en donde el tercer soporte de transmisión se posiciona corriente abajo del horno de carbonización a lo largo de un trayecto de avance de la fibra.
3. El método continuo de carbonización de la reivindicación 1 o 2, en donde cada uno del primer horno de precarbonización y el horno de carbonización comprende múltiples zonas de calentamiento de gradiente.
- 30 4. El método continuo de carbonización según cualquier reivindicación precedente, en donde la primera cámara sustancialmente hermética se sella para mantener un diferencial de presión positiva con respecto a la presión atmosférica.
5. El método continuo de carbonización según cualquier reivindicación precedente, en donde la primera cámara hermética se configura para permitir una pérdida controlada de gas inerte a la atmósfera con el fin de evitar la acumulación de presión en la cámara.
- 35 6. El método continuo de carbonización según cualquier reivindicación precedente, en donde la primera cámara sustancialmente hermética se configura para tener una puerta de acceso, la cual puede abrirse.
7. El método continuo de carbonización según cualquier reivindicación precedente, en donde la primera cámara sustancialmente hermética no se encuentra bajo presión de vacío.
- 40 8. El método continuo de carbonización según cualquier reivindicación precedente, que además comprende:
- un horno de grafitización configurado para contener gas inerte y proveer calor dentro un rango de temperatura de más de 700°C, preferiblemente 900°C a 2800°C; y
- una segunda cámara sustancialmente hermética ubicada entre y conectada al horno de carbonización y al horno de grafitización de modo que el aire de la atmósfera circundante no puede entrar en el horno de carbonización, el horno de grafitización o la segunda cámara sustancialmente hermética.
- 45 9. El método continuo de carbonización de la reivindicación 8, en donde la segunda cámara sustancialmente hermética comprende una puerta de acceso, la cual puede abrirse.

10. El método continuo de carbonización según cualquier reivindicación precedente, en donde el gas inerte en el horno de precarbonización y horno de carbonización se selecciona de nitrógeno, argón, helio y una mezcla de ellos.
- 5 11. El método continuo de carbonización según cualquier reivindicación precedente, en donde el horno de precarbonización es un horno de múltiples zonas con al menos cuatro zonas de calentamiento de temperaturas sucesivamente más altas, y el horno de carbonización es un horno de múltiples zonas con al menos cinco zonas de calentamiento de temperaturas sucesivamente más altas.
12. El método continuo de carbonización según la reivindicación 8 o 9, en donde el gas inerte en el horno de grafitización se selecciona de nitrógeno, argón, helio y una mezcla de ellos.
13. Un sistema de procesamiento continuo para la carbonización de una fibra precursora, que comprende:
- 10 a) un primer soporte de transmisión que comprende una serie de rodillos de transmisión que rotan a una primera velocidad (V1);
- b) una fileta para proveer una fibra precursora de poliácridonitrilo (PAN) oxidada continua al primer soporte de transmisión;
- 15 c) un horno de precarbonización que comprende múltiples zonas de calentamiento de gradiente y que es utilizable para proveer calor en un rango de temperatura de 300°C a 700°C;
- d) un horno de carbonización que comprende múltiples zonas de calentamiento de gradiente y que es utilizable para proveer calor en un rango de temperatura de más de 700°C, preferiblemente 800°C-2800°C;
- 20 e) una cámara sustancialmente hermética ubicada entre y conectada al horno de precarbonización y al horno de carbonización de modo que el aire de la atmósfera circundante no puede entrar en el horno de precarbonización, horno de carbonización o cámara sustancialmente hermética;
- f) un segundo soporte de transmisión que comprende una serie de rodillos de transmisión que rotan a una segunda velocidad (V2), la segunda transmisión posicionándose entre el horno de precarbonización y el horno de carbonización, en donde los rodillos de transmisión del segundo soporte de transmisión se encuentran cercados por dicha cámara hermética,
- 25 g) un tercer soporte de transmisión que comprende una serie de rodillos de transmisión que rotan a una tercera velocidad (V3), en donde el tercer soporte de transmisión se posiciona corriente abajo del horno de carbonización a lo largo de un trayecto de avance de la fibra; y
- h) una pluralidad rodillos de tensión dispuestos a lo largo de un trayecto de transmisión para guiar la fibra precursora a través del horno de precarbonización, horno de carbonización y soportes de transmisión.
- 30 14. El sistema de procesamiento continuo de la reivindicación 13, en donde el horno de precarbonización es un horno de múltiples zonas con al menos cuatro zonas de calentamiento de temperaturas sucesivamente más altas, y el horno de carbonización es un horno de múltiples zonas con al menos cinco zonas de calentamiento de temperaturas sucesivamente más altas.
- 35 15. El sistema de procesamiento continuo de la reivindicación 13 o 14, en donde la cámara sustancialmente hermética se configura para tener una puerta de acceso, la cual puede abrirse.

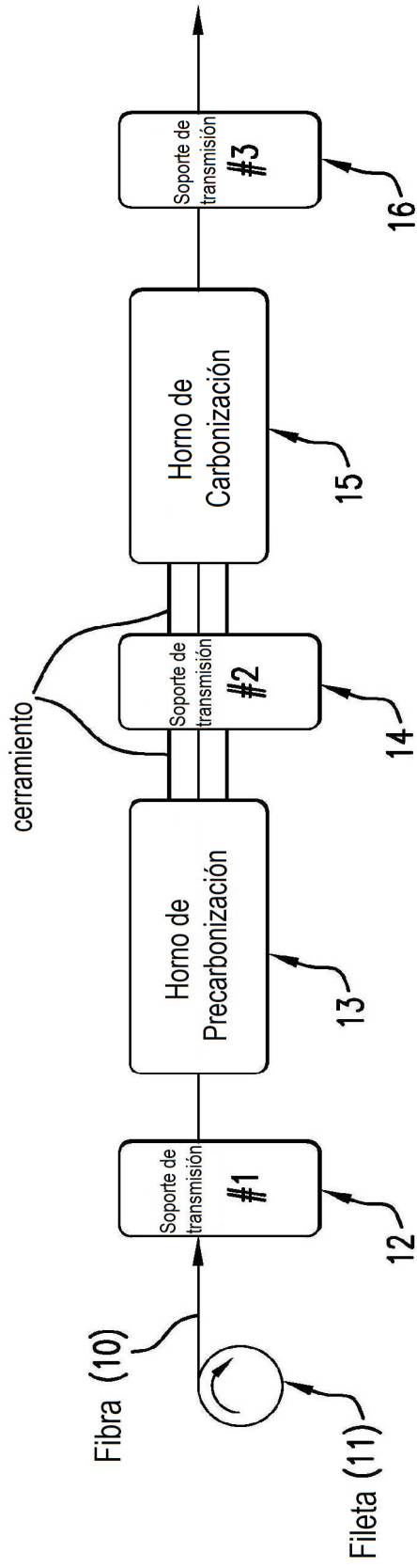


FIG.1

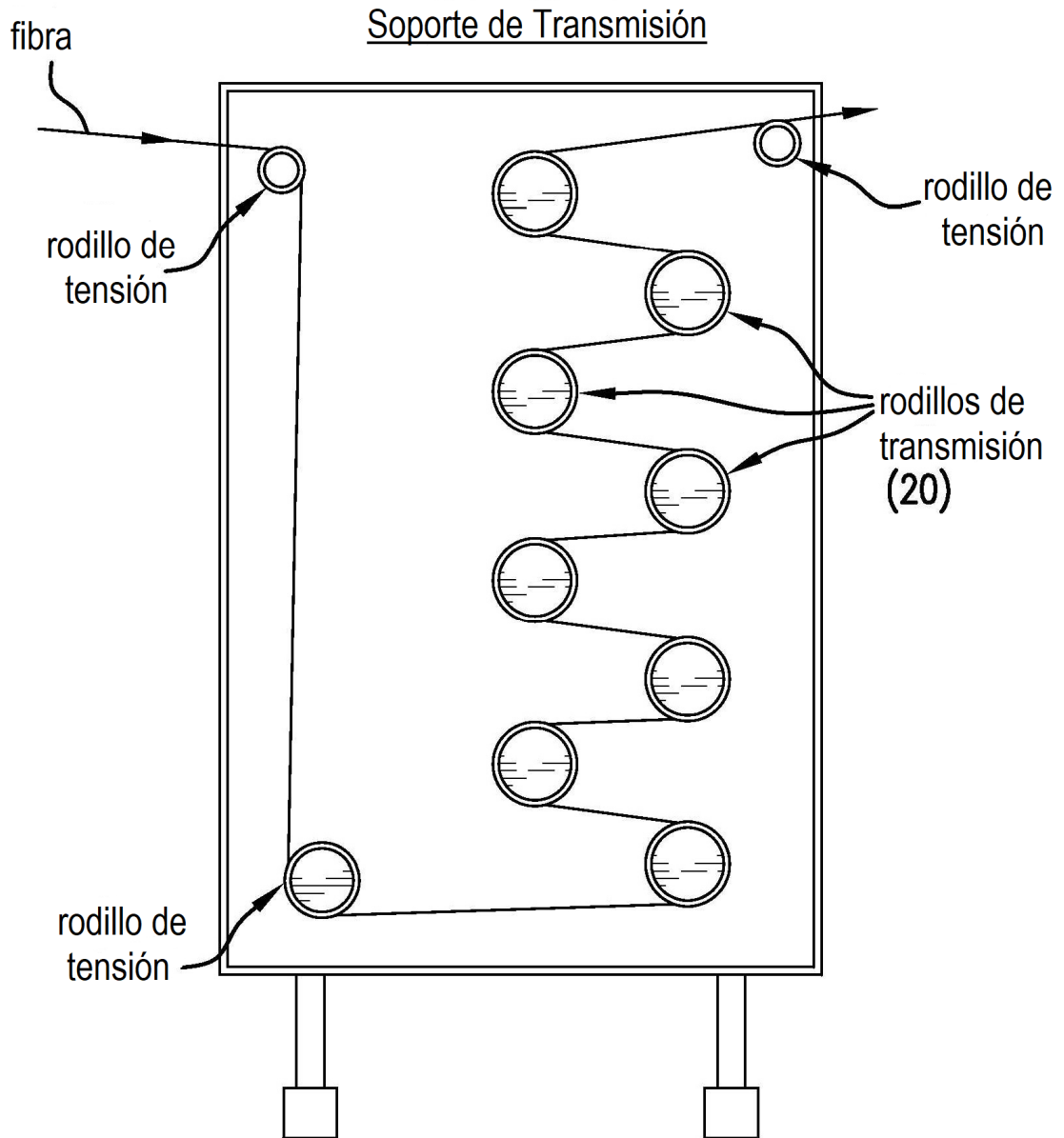


FIG.2

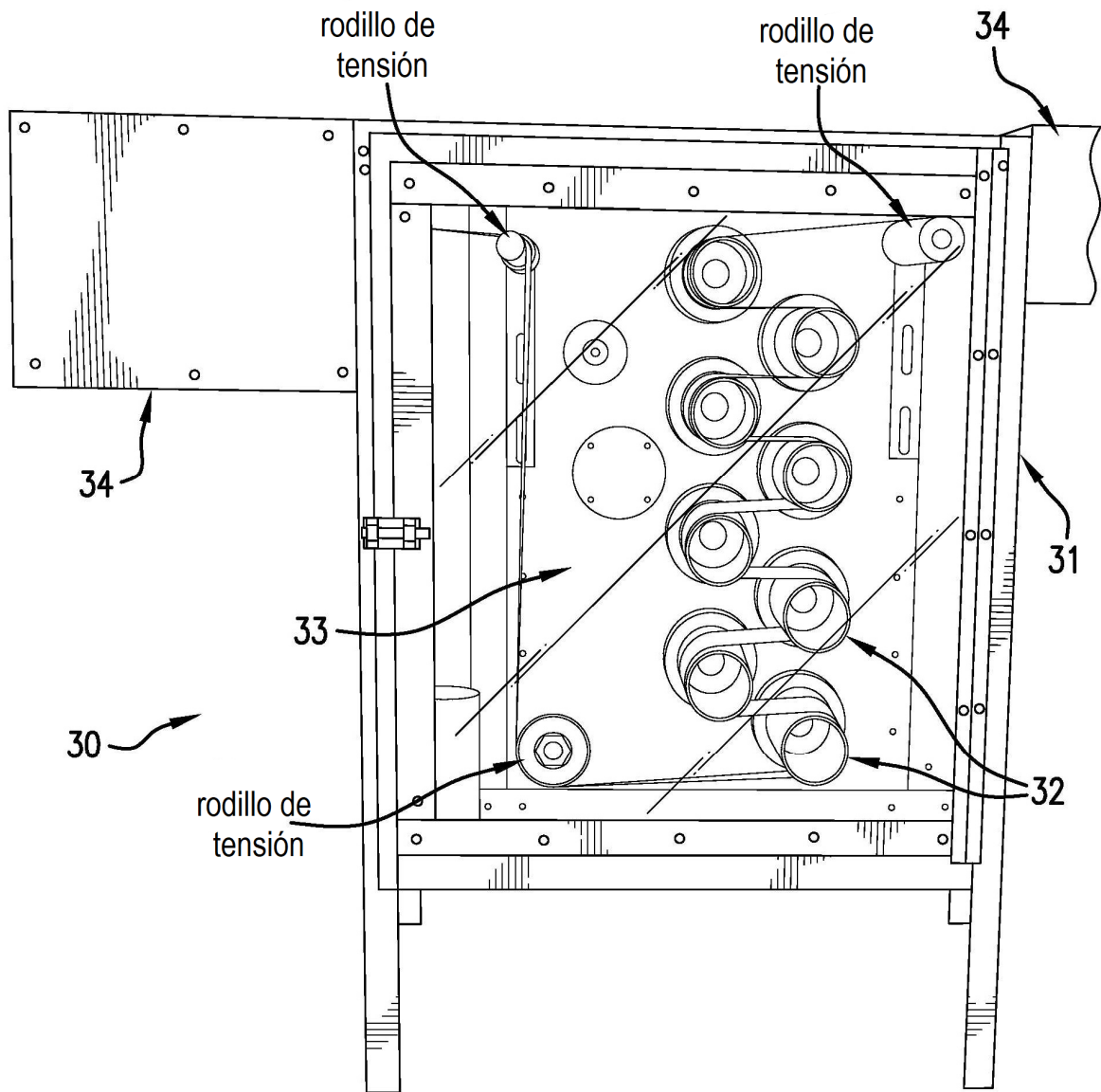


FIG.3

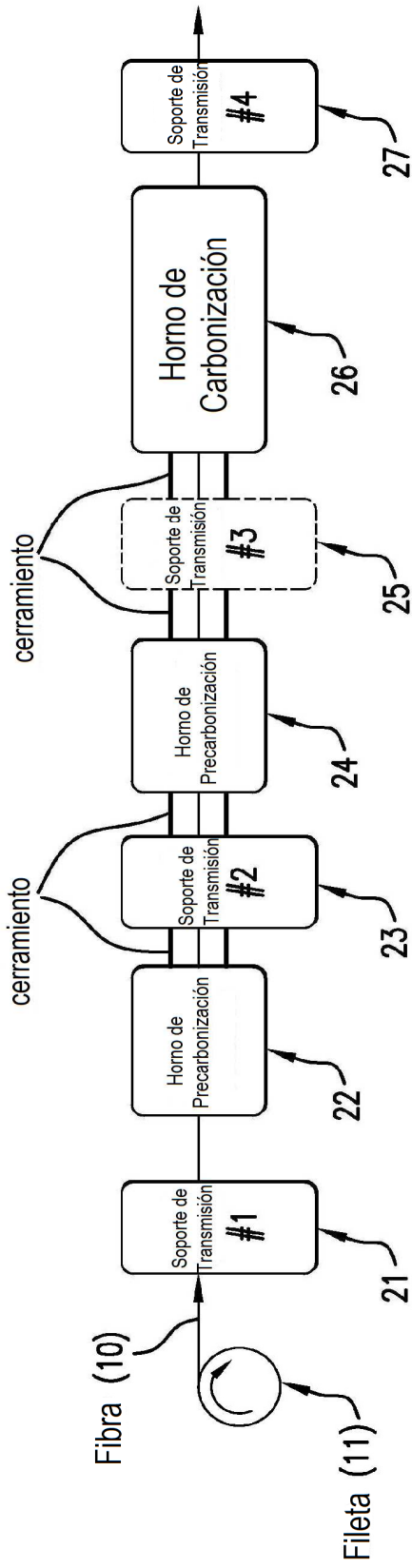


FIG.4

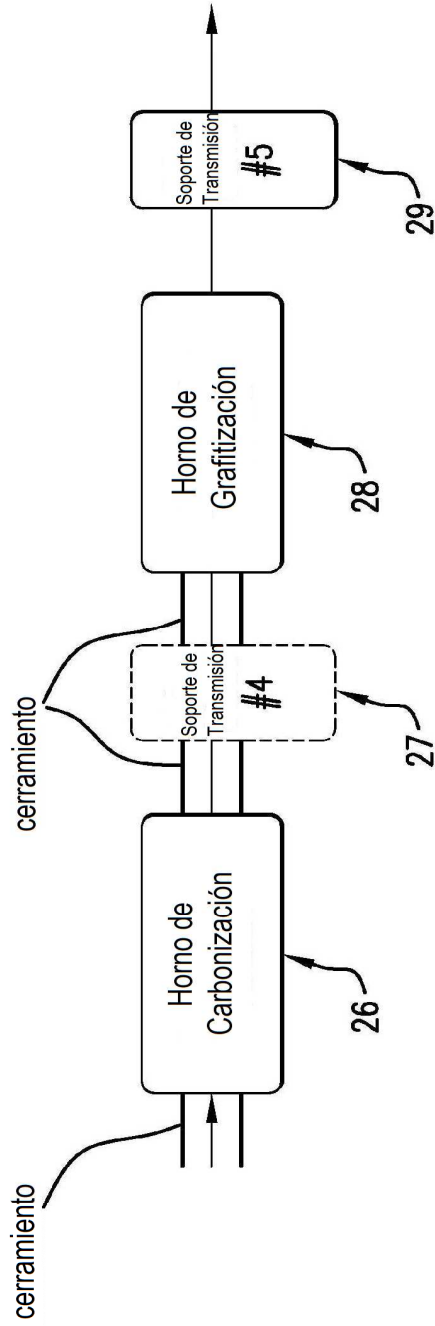


FIG.5