

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 584 105

②1 N° d'enregistrement national :

86 09226

⑤1 Int Cl⁴ : D 04 H 3/04; D 01 D 5/18; D 01 F 9/12.

①2

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 25 juin 1986.

③0 Priorité : JP, 28 juin 1985, n° 142055/85.

④3 Date de la mise à disposition du public de la demande : BOPI « Brevets » n° 1 du 2 janvier 1987.

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : KUREHA KAGAKU KOGYO KABUSHI
KAISHA, société japonaise. — JP.

⑦2 Inventeur(s) : Tamotsu Miyamori, Iwao Kameyama et
Takeo Abe.

⑦3 Titulaire(s) :

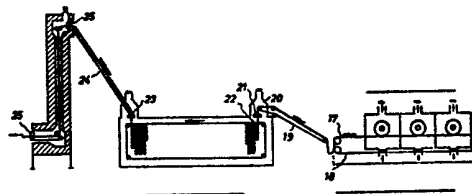
⑦4 Mandataire(s) : S. C. Ernest Gutmann et Yves Plasse-
raud.

⑤4 Procédé et appareil de fabrication d'un feutre de fibres de carbone et feutre obtenu par leur mise en œuvre.

⑤7 L'invention concerne la fabrication d'un feutre de fibres de carbone.

Elle se rapporte à un procédé de fabrication dans lequel des machines de filage centrifuge à axe horizontal de rotation transmettent des fibres continues à une courroie transporteuse qui se déplace longitudinalement et, simultanément, transversalement avec un mouvement alternatif afin que les fibres soient réparties sur une certaine largeur. Le feutre est transmis par un transporteur 19 à un four de mise à un état infusible puis par un transporteur 24 à un four de calcination. Le traitement peut être continu, sans mise des fibres sur des plateaux.

Application à la fabrication de feutres de fibres de carbone pour l'isolation.



FR 2 584 105 - A1

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un feutre de fibres de carbone et un appareil destiné à la mise en oeuvre du procédé, et elle concerne plus précisément un procédé donnant d'excellents rendements de fabrication et en énergie, comprenant successivement la fusion à l'état fondu d'un brai capable de former des fibres, à l'aide d'une machine de filage centrifuge ayant un axe horizontal de rotation (parallèle au plan sur lequel est placé la machine de filage), la formation d'un feutre à l'aide des fibres de brai ainsi filées, la mise du feutre à un état infusible en atmosphère d'air contenant NO_2 et la calcination du feutre ainsi rendu infusible en atmosphère inerte, ainsi qu'un appareil destiné à la mise en oeuvre de ce procédé.

Jusqu'à présent, on connaissait, comme procédé de filage à l'état fondu d'un brai destiné à la fabrication de fibres de carbone de la série des brais, le procédé de filage fixe et le procédé de filage centrifuge ; le filage peut être réalisé habituellement à l'aide d'un tel procédé à une vitesse supérieure à quelques centaines de mètres par minute, surtout à une vitesse atteignant 2000 m/min dans le cas du procédé de filage centrifuge.

Cependant, comme la vitesse de réaction est faible dans les opérations postérieures comprenant la mise à l'état infusible, surtout dans celle-ci et comme les fibres filées formées de brai sont extrêmement fragiles et se cassent facilement sous un choc extrêmement faible, on a utilisé les divers procédés suivants :

(1) après mise des fibres filées sous forme de câble, les fibres sont suspendues à une barre à la face supérieure d'un plateau en U et traitées au niveau de chaque plateau,

(2) l'empilement des fibres filées sur une courroie perforée ou

(3) les fibres filées sont enroulées une fois sur une bobine puis réenroulées si bien qu'elles sont traitées de façon continue sous forme de filaments.

Cependant, dans le procédé de mise sous forme de câble et notamment dans le cas où les fibres filées sont associées sous forme d'un câble à l'aide d'une machine de filage centrifuge dont l'axe de rotation est perpendiculaire au plan horizontal sur lequel est placé la machine (on peut notamment se référer au brevet des Etats-Unis d'Amérique n° 3 776 669), le réglage de la formation du câble est difficile. En outre, comme le rapport du volume du produit à celui de l'appareil doit être très faible dans les étapes de mise à l'état infusible et de calcination, le rendement de production est faible et la consommation d'énergie élevée. Le procédé de mise en câble présente d'autres inconvénients car le fonctionnement d'un appareil pendant une longue durée est empêché par des saletés dues à des goudrons et à de la poussière, et la fermeture de l'appareil est difficile.

Dans le procédé mettant en oeuvre une courroie perforée, le rendement de production est faible car les fibres sont simplement empilées et, lorsque le rapport masse/surface des fibres empilées est accru par une ventilation forcée, les fibres risquent d'être détériorées localement. En outre, les inconvénients dus à l'apparition fréquente de problèmes mécaniques dans le dispositif de déplacement transversal à grande vitesse et la difficulté d'obtention d'une qualité stabilisée ont été soulignés.

En outre, au cours du traitement continu des filaments, comme il faut beaucoup de temps pour la manipulation des filaments afin qu'ils ne puissent pas se casser, le rendement de fabrication est aussi mauvais si bien que la mise en pratique du procédé est difficile.

Comme indiqué précédemment, tous les procédés déjà proposés ont un mauvais rendement de fabrication et en conséquence il est inévitable que le coût de fabrication des fibres de carbone obtenues soit élevé.

A la suite d'études effectuées par les inventeurs et portant sur la solution des problèmes posés par les

inconvénients des procédés connus de fabrication de fibres de carbone, on a constaté que, dans le cas de la formation d'un feutre de fibres de brai par filage à l'état fondu d'un brai dans une machine de filage centrifuge
5 ayant un axe de rotation disposé horizontalement, et par empilement des fibres ainsi filées sur une courroie d'un transporteur à courroie horizontale qui se déplace parallèlement à l'axe précité de rotation et se déplace aussi en direction perpendiculaire à cet axe, un feutre de
10 fibres de brai dans lequel les fibres ont été orientées et qui a une résistance mécanique suffisante est alors disponible, et les opérations de formation du feutre de fibres de carbone, comprenant le filage, la mise à l'état infusible et la calcination, sont exécutées de manière continue
15 si bien que les rendements de fabrication et en énergie sont remarquablement accrus. L'invention a été réalisée sur la base des découvertes précitées.

Ainsi, l'invention a pour objet la mise à disposition d'un procédé de préparation de fibres de carbone
20 tirées d'un brai, ne présentant pas les inconvénients des procédés classiques de fabrication de fibres de carbone et ayant des rendements élevés de fabrication et en énergie, c'est-à-dire qu'il s'agit d'un procédé peu onéreux dont le rendement au four (exprimé en $\text{kg}/\text{m}^3 \cdot \text{h}$) représenté par
25 la masse (kg) de fibres traitées par heure et par unité de volume (m^3) du four est élevé alors que la consommation d'énergie par quantité unitaire fabriquée est faible, le procédé donnant un feutre de fibres de carbone qui est directement utilisé comme matériau d'isolation thermique
30 ou qui peut être facilement mis sous forme de morceaux, d'articles usinés et analogues.

L'invention concerne d'abord un procédé de fabrication d'un feutre de fibres de carbone, comprenant, successivement, le filage à l'état fondu d'un brai capable
35 de former des fibres, à l'aide d'une machine de filage centrifuge ayant un axe horizontal de rotation, l'étirage des fibres de brai ainsi filées à l'état fondu, la découpe

des fibres ainsi étirées à l'aide d'au moins un organe de coupe disposé sur la plaque d'étirage de la machine de filage centrifuge, l'empilement de ces fibres coupées sur la courroie d'un transporteur à courroie horizontale qui a été placée sous la machine de filage, le déplacement transversal alternatif parallèle à l'axe de rotation et le déplacement en direction perpendiculaire à l'axe de rotation, afin qu'un feutre de fibres de brai se forme, puis le traitement du feutre de fibres ainsi empilées afin qu'il prenne un état infusible, en atmosphère d'air contenant NO₂, et sa calcination en atmosphère inerte afin qu'un feutre de fibres de carbone se forme.

L'invention concerne aussi un appareil de fabrication continue d'un feutre de fibres de carbone, comprenant (1) un appareil de fabrication d'un feutre de fibres de brai qui comprend (i) une machine de filage centrifuge qui a au moins un organe de coupe des fibres de brai sur sa plaque d'étirage et qui a été disposée de manière que l'axe de rotation de la machine de filage centrifuge soit horizontal, et (ii) un transporteur à courroie horizontale qui se déplace alternativement parallèlement à l'axe de rotation de la machine de filage centrifuge et qui se déplace en direction perpendiculaire à celle de l'axe de rotation, (2) un transporteur destiné à transporter le feutre de fibres de brai, (3) un four de mise à l'état infusible, (4) un transporteur destiné à transporter le feutre rendu infusible, et (3) un four de calcination de type vertical.

L'invention concerne aussi un feutre de fibres de carbone fabriqué par mise en oeuvre du procédé.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront mieux de la description qui va suivre, fait en référence aux dessins annexés sur lesquels :

la figure 1 est une élévation schématique d'une machine de filage centrifuge et du transporteur à courroie, dans la direction de l'axe de rotation ;

la figure 2a est une coupe suivant la ligne A-A'

de la machine de filage centrifuge et du transporteur à courroie de la figure 1 ;

la figure 2b est une coupe agrandie d'une partie de l'appareil représenté sur la figure 2 ;

5 la figure 3 est une élévation schématique illustrant la mise en oeuvre du procédé selon l'invention ; et

la figure 4 est une élévation schématique illustrant la mise en oeuvre d'un procédé connu.

Le procédé de fabrication d'un feutre de fibres
10 de carbone selon l'invention comprend successivement (1)
le filage à l'état fondu d'un brai ayant des propriétés
lui permettant de former des fibres, à l'aide d'une machine
de filage centrifuge ayant un axe horizontal de rotation
puis, l'étirage des fibres ainsi filées sous l'action de
15 la force centrifuge et d'un souffle d'étirage, (2) la dé-
coupe des fibres de brai ainsi étirées à l'aide d'au
moins un organe de coupe disposé sur la plaque d'étirage
de la machine de filage, (3) l'empilement des fibres de
brai ainsi coupées sur une courroie horizontale d'un
20 transporteur qui a été placé sous la machine de filage
et qui se déplace alternativement (en translation) en di-
rection parallèle à l'axe de rotation de la machine de
filage et qui se déplace aussi en direction perpendiculaire
à cet axe de rotation, si bien qu'un feutre de fibres
25 de brai se forme, et (4) le traitement du feutre de fibres
de brai ainsi formé de manière qu'il devienne infusible
et sa calcination destinée à former un feutre de fibres
de carbone.

La figure 1 des dessins annexés est une élévation
30 latérale d'une machine de filage centrifuge et d'un trans-
porteur à courroie placé sous la machine de filage, vue
dans la direction de l'axe de rotation de la machine
de filage, et les figures 2a et 2b sont respectivement une
coupe suivant la ligne A-A' de la figure 1 et une coupe
35 partielle agrandie de la machine de filage et du transpor-
teur alors que la figure 3 est un schéma illustrant la
mise en oeuvre du procédé selon l'invention.

Comme l'indiquent les figures 1 et 2, le brai chauffé et fondu est transmis en quantité dosée par une pompe 9 à engrenages par l'intermédiaire d'une canalisation 8 d'alimentation en brai, dans un cylindre 1 de filage tournant autour d'un axe de rotation 1', et il est versé dans une cuve rotative 2 ayant de nombreuses buses 3 placées à sa périphérie, en une rangée, deux rangées ou plus. Le brai fondu ainsi versé est projeté par les buses 3 sous l'action de la force centrifuge étant donné la rotation de la cuve rotative 2, sous la forme de fibres filées.

Les fibres ainsi filées sont étirées le long de la surface externe de la plaque 4 d'étirage entourant le cylindre 1 de filage sous l'action de la force centrifuge et du souffle d'étirage provenant d'une tuyauterie 5 destinée à transmettre un souffle d'étirage, les fibres étant soufflées uniformément au voisinage des buses 3 et dans la direction de filage à partir de la sortie 6 afin que le souffle d'étirage entoure le cylindre 1 de filage.

Les fibres de brai ainsi étirées sont découpées par contact avec au moins un organe 7 de coupe disposé sur la plaque 4 d'étirage à chaque tour de rotation de la cuve rotative 2 si bien que des fibres coupées d'une longueur sensiblement constante sont formées en un nombre correspondant au nombre de buses 3 à chaque tour de la cuve 2.

Les fibres de brai ainsi coupées sont empilées sur une courroie transporteuse 11 en étant retordues les unes sur les autres à l'état de monofilaments et suivant un lieu tel que représenté sur la figure 1 par les références a à e et a' à e', sous l'action du souffle d'étirage, des forces de pesanteur et d'une aspiration éventuelle de l'autre côté des fibres empilées sur la courroie transporteuse 11.

La courroie 11 déplace la surface des fibres coupées et empilées dans la direction d'étirage et en même temps elle se déplace alternativement en translation en

direction perpendiculaire à la direction d'étirage à une vitesse au moins égale au double de la vitesse de déplacement et, en conséquence, il se forme un feutre continu de fibres de brai, ayant une largeur constante, une épaisseur constante et une résistance mécanique suffisante pour qu'il puisse être traité sous forme d'un feutre continu dans les étapes postérieures de traitement.

Comme l'indique la figure 3, le feutre continu ainsi formé qui porte la référence 17 est directement transmis d'une courroie transporteuse 18 destinée à former le feutre à l'entrée 20 d'un four de mise à l'état infusible par l'intermédiaire d'une courroie transporteuse 19, et le feutre est alors suspendu à la barre 22 par l'intermédiaire d'un simple rideau ou d'une paire de rouleaux 21 destinés à isoler l'espace interne du four par rapport à l'atmosphère environnante.

La barre 22 circule à une vitesse uniforme déterminée par la vitesse du transporteur, par l'intervalle séparant les barres et par la longueur de suspension du feutre, et le feutre est ainsi traité de manière continue. Le feutre est suspendu avec douceur par réglage de l'intervalle séparant les barres correspondant à la masse surfacique et à l'épaisseur du feutre.

Dans le four de mise à l'état infusible, de l'air contenant 0,1 à 10 % en volume de NO_2 est maintenu à une température comprise entre 100 et 400°C, et les fibres de brai du feutre sont mises à l'état infusible lorsque le feutre y a séjourné de 1 à 4 heures.

Le four de mise à l'état infusible est réalisé de manière que la température interne du gaz augmente lentement de l'entrée à la sortie du four et, à cet effet, un certain nombre de ventilateurs est disposé à intervalles convenables de manière que du gaz soit introduit en direction perpendiculaire à l'orientation des fibres de brai du feutre et que le gaz circule alors.

Le feutre ainsi rendu infusible est transporté vers le four de calcination par un transporteur 24 et

par l'intermédiaire du rideau d'air ou de la paire de rouleaux 23 afin qu'une certaine séparation de l'atmosphère ambiante soit obtenue. Un rideau analogue d'azote gazeux ou la paire de rouleaux 25 utilisée pour le four de mise à l'état infusible et aussi utilisée pour le four de mise à l'état infusible est placé à l'entrée et à la sortie du four de calcination.

L'atmosphère dans le four de calcination est de l'azote gazeux maintenu à une température comprise entre 300 et 900°C et, lorsque le feutre rendu infusible reste dans le four de calcination pendant 5 à 30 min, il subit une calcination. Comme le feutre introduit dans le four de calcination a une résistance mécanique suffisante, le feutre est traité alors qu'il est suspendu et soumis à son propre poids, sans barre.

Des morceaux coupés, de diverses formes et des bandes peuvent être facilement préparés à partir du feutre carbonisé, ou il peut être utilisé sous forme d'un tel feutre carbonisé comme matériau d'isolation thermique, tel quel.

Le brai destiné à être utilisé lors de la mise en oeuvre de l'invention peut avoir une teneur en carbone comprise entre 89 et 97 % et peut avoir une masse moléculaire moyenne en poids comprise entre 400 et 5000. Le brai à mésophase ayant une température élevée de ramollissement peut être utilisé par chauffage à une température à laquelle il peut être soumis au filage centrifuge.

Bien qu'il existe divers types de machines de filage centrifuge de matière fondue, par exemple le type à cylindre rotatif et le type à buse rotative, tous ces types peuvent être utilisés selon l'invention. En outre, bien que les figures des dessins annexés représentent un exemple mettant en oeuvre une machine de filage centrifuge à buse rotative, l'invention n'est nullement limitée à ce mode de réalisation.

Le diamètre de la cuve rotative de la machine de filage centrifuge est de préférence compris entre 100 et 500 mm et, lorsqu'il est inférieur à 100 mm, le rendement

de fabrication commence à poser un problème et d'autre part lorsque la dimension dépasse 500 mm, des problèmes mécaniques risquent d'être posés par l'irrégularité de température.

5 La vitesse du souffle d'étirage est de préférence comprise entre 80 et 120 m/s, et le nombre de rotations de la cuve rotative dépend de la configuration des buses et de la quantité de brai qui y est traitée, mais elle est traitée de manière qu'elle ne provoque pas une cassure
10 accidentelle du brai même dans le cas d'une fluctuation de la température de filage.

Le diamètre du trou des buses n'est de préférence pas inférieur à 0,6 mm afin que la buse ne se bouche pas et que son nettoyage soit facilité, mais le diamètre
15 est de préférence compris entre 0,6 et 1,0 mm afin que le brai ne présente pas une cassure accidentelle.

La masse surfacique et l'épaisseur du feutre de fibres de carbone ainsi préparé peuvent être éventuellement réglées afin qu'elles correspondent à
20 la capacité et au nombre de machines de filage ainsi qu'à la vitesse et à largeur de la courroie transporteuse, mais ces paramètres sont limités par le rendement de fabrication au cours de l'étape postérieure de traitement comprenant un refroidissement et un chauffage. Dans le cas où la
25 masse surfacique et l'épaisseur du feutre sont faibles, le rendement de fabrication est faible mais, lorsque ces paramètres ont des valeurs trop élevées, la maîtrise de la réaction dans l'opération de mise à l'état infusible est difficile, et il faut beaucoup de temps pour
30 l'élévation de température du feutre pendant l'étape de calcination. Concrètement, la masse surfacique et l'épaisseur sont de préférence comprises entre 0,2 et 5 kg/m² et entre 10 et 100 mm respectivement.

Les conditions suivantes sont souhaitables pour
35 la mise en oeuvre de l'appareil et pour son fonctionnement :

(1) le nombre de trous de buses de la cuve rotative est compris entre 200 et 2000,

(2) le nombre de tours de la cuve rotative est compris entre 300 et 1000 tr/min,

(3) la vitesse de déplacement alternatif transversal de la courroie transporteuse est comprise entre 1 et 5 50 m/min, et

(4) la vitesse de déplacement du feutre est comprise entre 0,1 et 6 m/min.

Bien que la largeur du feutre soit déterminée et éventuellement sélectionnée d'après la largeur du déplacement transversal, il est préférable qu'elle ne dépasse pas 3 m pour des raisons de manutention dans les étapes postérieures de traitement. Bien que la courroie transporteuse de la largeur voulue puisse être utilisée, il est souhaitable qu'une courroie ventilable puisse être 15 utilisée afin qu'elle assure un empilement régulier des fibres de brai, et une aspiration est utilisée à la face opposée des fibres empilées sur la courroie.

L'une des caractéristiques importantes de la présente invention est l'utilisation d'une machine de 20 filage centrifuge ayant un axe horizontal de rotation et une surface rotative verticale (perpendiculaire au plan sur lequel est placé la machine de filage), de même que les opérations précitées de fabrication continue d'un feutre de fibres orientées de brai, ayant l'épaisseur, la 25 masse surfacique et la largeur voulues ainsi qu'une résistance mécanique suffisante.

Les effets suivants ont été obtenus par mise en oeuvre de l'invention avec les caractéristiques précitées.

(i) Il n'est pas nécessaire d'utiliser un appareil 30 de suspension des câbles, un tel appareil ayant été nécessaire dans le cas où les fibres de brai ont été prélevées à la sortie d'une machine de filage classique sous forme de câble, c'est-à-dire que l'appareil de suspension à barres constitue la machine de remplissage (référence 30 35 sur la figure 4) qui déplace le câble en direction perpendiculaire aux barres de suspension et qui déplace le câble en direction horizontale vers la barre de suspension.

(ii) Pendant le traitement de mise à l'état infusible, l'extraction de la chaleur de réaction est réalisée efficacement grâce à l'orientation favorable des fibres du feutre et ainsi la densité de traitement peut être
5 accrue et accroît le rendement de fabrication du four.

(iii) La mise à l'état infusible peut être réalisée de façon continue car un feutre de dimension bien supérieure à celle des câbles classiques peut être traité étant donné l'amélioration du traitement thermique due à l'orien-
10 tation précitée de fibres. En conséquence, les plateaux classiques ne sont pas nécessaires et la chaleur nécessaire au chauffage du plateau n'est pas nécessaire non plus. En outre, le four peut avoir des dimensions réduites au minimum si bien que les pertes de chaleur sont réduites,
15 le rendement en énergie est accru et l'appareil est notablement perfectionné.

(iv) Comme l'appareil peut traiter le feutre dans le four de calcination alors que le feutre est suspendu avec application de son propre poids, sans utilisation de
20 barres, la densité de traitement devient supérieure à celle qui est obtenue avec le procédé classique qui met en oeuvre une suspension sur des barres et des plateaux en U. En outre, le temps nécessaire au chauffage uniforme de l'extérieur et de l'intérieur du feutre est notablement
25 réduit si bien que le rendement de fabrication est remarquablement accru.

En outre, le four de calcination lui-même peut être réduit au minimum, la chaleur de chauffage des plateaux devenant superflue étant donné l'absence de ces
30 plateaux, et les pertes de chaleur à partir de la surface du four étant très réduite si bien que d'importantes économies d'énergie calorifique peuvent être réalisées.

(v) Bien que l'introduction d'hydrogène gazeux et d'anhydride carbonique gazeux créée dans la région
35 des basses température dans le four de calcination vers la région des hautes températures provoque habituellement une détérioration des propriétés des fibres, comme l'espace

compris entre la paroi interne du four de calcination et le feutre peut être maintenu à une valeur inférieure à quelques centimètres, cette introduction peut être évitée à l'aide d'une petite quantité d'un véhicule gazeux.

5 (vi) L'uniformité du traitement, de mise à l'état infusible peut être facilement conservée car l'épaisseur et la masse surfacique du feutre peuvent être facilement réglées comme indiqué précédemment.

(vii) Comme le feutre continu peut être traité,
10 les joints formés dans le four de mise à l'état infusible et dans le four de calcination peuvent être sous forme d'une paire de rouleaux ou d'un rouleau d'emprise, et en conséquence il ne faut pas beaucoup de place pour le remplacement de l'atmosphère.

15 En outre, les effets suivants peuvent être soulignés, même s'ils ne concernent que le filage :

(i) la stabilité du filage est accrue, et la terminaison de l'opération de filage est facilement réalisée.

(ii) Comme l'ensemble de l'appareil est simplifié,
20 les problèmes de fonctionnement sont réduits.

(iii) Comme il n'est pas nécessaire de maintenir le peigne lors du filage, la création de poussières est faible et comme les poussières peuvent être récupérées et peuvent être ajoutées au feutre, la quantité de fibres
25 perdues lors du filage est remarquablement réduite.

Les exemples et exemples comparatifs qui suivent illustrent plus en détail l'invention.

EXEMPLE 1

30 Une huile de queue de distillation d'éthylène qui est une fraction résiduelle à température élevée d'ébullition, obtenue par craquage thermique de naphta de pétrole et séparation fractionnée des oléfines telles que l'éthylène, le propylène, etc., a été soumise à un traitement thermique à 380°C puis à une distillation à 320°C à une
35 pression de 10 torr afin qu'un brai résiduel ayant une teneur en carbone de 94,5 % en poids, une masse moléculaire moyenne en poids de 620 et une température de ramollissement

de 170°C (déterminée par l'appareil d'essai d'écoulement "KOKA") a été obtenu.

Le brai ainsi obtenu a été soumis à un filage à l'état fondu à l'aide de trois machines de filage centrifuge de type horizontal ayant 350 trous de buse et 200 mm de diamètre de cuve, disposées parallèlement au transporteur, avec une quantité de brai traité de 13,2 kg/h.machine, pour un nombre de tours de 800 tr/min et avec une vitesse du souffle d'étirage de 100 m/s.

Les fibres ainsi filées à l'état fondu ont été soumises successivement à une découpe par l'organe de coupe puis à un empilement sur une courroie transporteuse formée d'une toile métallique à orifices de 420 µm, se déplaçant transversalement 5 fois par minute et se déplaçant longitudinalement à une vitesse de 0,44 m/min. Le feutre avait une largeur efficace de 2 m, une masse surfacique de 0,75 kg/m², une épaisseur de 50 mm et une masse volumique apparente de 15 kg/m³, et il pouvait être traité sous forme de fibres continues bien que le feutre soit un agrégat de fibres courtes.

Le feutre ainsi préparé a été soumis au traitement de mise à l'état infusible dans un four ayant une longueur totale de 10 m, le feutre étant suspendu par tronçons de 1,5 m sur des barres de 2 m de largeur circulant dans le four à une vitesse constante de 0,044 m/min, les barres étant placées à des intervalles de 300 mm, de l'air contenant 2 % de NO₂ circulant en direction perpendiculaire à l'orientation du feutre dans le four, à une vitesse de 0,5 m/s (vitesse superficielle dans une colonne) afin que la chaleur de réaction de mise à l'état infusible soit évacuée. Dans l'opération précitée, le feutre est mis à l'état infusible par chauffage à une température comprise entre 100 et 250°C, en un temps de 3 heures. L'énergie nécessaire (somme de la chaleur de chauffage et de l'énergie électrique des ventilateurs) au traitement de mise à l'état infusible était de 136 kWh, sous forme d'énergie électrique.

Ensuite, le feutre a été introduit dans un four de calcination de type vertical de longueur totale égale à 14,8 m, comprenant une partie de refroidissement et ayant une largeur de 2 m, le feutre étant suspendu sous son propre poids sans une seule barre et étant calciné par chauffage jusqu'à 850°C pendant 15 mm ; le feutre ainsi calciné a ensuite été refroidi à 200°C et le feutre refroidi a été transmis hors du four. La quantité d'azote gazeux formant un véhicule (calculée à une température normale de 0°C et à une pression de 1 bar) était de 90 Nm³/h. L'énergie nécessaire à la calcination (énergie de chauffage) était de 64 kWh, et le rendement du four était de 13,4 kg/m³.h.

Des fibres courtes très uniformes ont été obtenues par découpe du feutre ainsi réalisé par un organe de coupe, en tronçon de 10 mm de longueur. La longueur des fibres était répartie entre 6 et 20 mm, l'écart type de la longueur des fibres étant de 1 mm. Les objets découpés et l'organe d'isolation thermique préparé à partir des fibres courtes ainsi obtenues avaient les mêmes qualités que celles des éléments correspondants classiques.

Les fibres de carbone ainsi obtenues étaient excellentes, elles ne présentaient pas d'adhérence entre les fibres et elles avaient un diamètre de 18 µm, une résistance mécanique de $7 \cdot 10^8$ Pa et un module élastique de $3,18 \cdot 10^{10}$ Pa (allongement de 2,2 %), sous forme de fibres unitaires.

EXEMPLE 2

Le brai utilisé dans l'exemple 1 a été soumis à un filage à l'état fondu avec utilisation de deux machines de filage centrifuge de type horizontal ayant 584 trous de buse et ayant une cuve de 330 mm de diamètre tournant à 600 tr/min, le brai étant traité à raison de 21,6 kg/h, avec une vitesse du souffle d'étirage de 100 m/s.

Un feutre de 0,4 kg/m² de masse surfacique, 45 mm d'épaisseur et 9,1 kg/m³ de masse volumique apparente a été obtenu par traitement des fibres ainsi filées par des opérations de formation d'un feutre sur une courroie

transporteuse de 2 m de largeur, avec déplacement transversal alternatif à raison de 6 fois par minute, pour une vitesse longitudinale de 0,88 m/min. Lorsque le feutre ainsi obtenu formé des fibres de brai a été traité dans le même four de mise à l'état infusible puis dans le même four de calcination que dans l'exemple 1, le feutre de fibres de carbone obtenu avait les mêmes propriétés de fibres que celui de l'exemple 1.

EXEMPLE 3

Le même feutre que dans l'exemple 1 a été soumis à un filage à l'état fondu avec utilisation de trois machines de filage centrifuge de type horizontal ayant 500 trous de buse, avec une cuve de 200 mm de diamètre tournant à 900 tr/min, le brai étant traité à raison de 10,8 kg/h.machine, avec une vitesse d'un souffle d'éti-rage de 105 m/s afin que des fibres de brai soient obtenues, et les fibres ainsi obtenues ont été empilées sur une courroie transporteuse de 2 m de largeur et 0,75 m/min de vitesse longitudinale, avec déplacement transversal alternatif de 6 par minute, le feutre obtenu ayant une masse surfacique de 0,36 kg/m², une épaisseur de 60 mm et une masse volumique apparente de 6 kg/m³.

Des fibres favorables de carbone de 12,7 µm de diamètre de fibres, de 8.10⁸ Pa de résistance mécanique et de 3,64.10¹⁰ Pa de module élastique (2,2 % d'allongement) ont été obtenues sans problème par traitement du feutre de fibres ainsi obtenues dans le même four de mise à l'état infusible et dans le même four de calcination que dans l'exemple 1.

EXEMPLE COMPARATIF

Des câbles de fibres de brai ont été préparés par utilisation du même brai que dans l'exemple 1, dans une machine classique de filage de type vertical (l'axe de rotation était vertical) comme indiqué par la référence 32 sur la figure 4, et les câbles ont ensuite été transmis par un transporteur de remplissage 34 à la machine 30 de remplissage de support de plateau 40. Les câbles ont ensuite

subi un traitement de mise à l'état infusible dans un four 36 puis un traitement de calcination dans un four 38. Dans cet exemple, par rapport à l'invention, les différents points suivants étaient nécessaires :

5 (i) les machines de filage étaient munies d'un peigne rotatif (le nombre de machines était le même que selon l'invention),

(ii) un mécanisme de suspension des câbles sur les plateaux et de transport des plateaux était nécessaire, et
10

(iii) un espace suffisant était nécessaire à l'entrée et à la sortie des fours pour l'admission des plateaux.

Au cours du traitement de mise à l'état infusible
15 des fibres ainsi filées, dans les mêmes conditions que dans l'exemple 1, c'est-à-dire avec une teneur en NO_2 de 2 %, un temps de séjour de 3 heures (la longueur du four était de 27 m) et une vitesse du gaz qui circule de 0,5 m/s, une durée de cycle de plateau de 16 min et une quantité de
20 remplissage de 10,6 kg/plateau donnaient le meilleur réglage de la réaction avec utilisation d'un plateau de 1,6 m de largeur, 0,9 m de longueur et 1,6 m de hauteur.

Le rendement du four était de 1,01 $\text{kg/m}^3\cdot\text{h}$, la consommation d'énergie étant de 189 kWh.

25 Dans le mode précédent, le temps de séjour de 2 h était nécessaire à l'étape de calcination, comprenant l'étape de refroidissement dans le four de 17,6 m de longueur.

Le rendement du four de calcination était de
30 1,56 $\text{kg/m}^3\cdot\text{h}$, la consommation d'énergie étant de 285 kWh, la consommation de véhicule gazeux (azote) étant de 200 Nm^3/h .

Les résultats obtenus dans l'exemple 1 et dans l'exemple comparatif sont donnés en détail dans la suite.

Matière première

35 Teneur en carbone : 89 à 97 % en poids

Masse moléculaire : 400 à 5000

Température de ramollissement : pas inférieure à 150°C

<u>Filage</u>	Classique (filage centrifuge - câble)	Selon l'invention (filage centrifuge - feutre)
Machine de filage	3 unités	3 unités
5 Perte au filage	jusqu'à 5 % en poids	jusqu'à 1 % en poids* ¹⁾
Machine de remplissage	3 unités	superflu
Dispositif alternatif	3 unités	1 unité
Diamètre de fibre élémentaire	jusqu'à 25 μm	jusqu'à 25 μm
Masse surfacique	0,44 kg/m^2	0,75 kg/m^2 * ²⁾
10 Epaisseur du feutre	jusqu'à 50 mm	jusqu'à 50 mm* ³⁾
Plateau	35 nécessaires	superflu
Vitesse du feutre	(temps de cycle par plateau 16 min)	0,44 m/min * ⁴⁾

Notes :

- 15 1) Comme le temps de retenue dans le peigne de filage classique était nul, la création de poussières était faible, et comme les poussières pouvaient être récupérées et ajoutées au feutre, la perte était remarquablement réduite.
- 20 2) Ces valeurs pourraient être comprises entre 0,2 et 5 kg/m^2 et de préférence entre 0,4 et 2 kg/m^2 .
- 3) Ces valeurs pourraient être comprises entre 10 et 100 mm et de préférence entre 20 et 60 mm.
- 25 4) Dans le cas où la vitesse dépasse 0,44 m/min , il est nécessaire d'augmenter la hauteur du four de calcination et le feutre risque de se briser sous son propre poids.

18

<u>Mise à l'état infusible</u>	Classique (filage centrifuge - câble)	Selon l'invention (filage centrifuge - feutre)
Intervalles de barres	120 mm	300 mm
5 Longueur du four	27,2 m	10 m
Hauteur du four	1,6 m	1,5 m
Largeur du four	0,9 m	2 m
Vitesse du gaz qui circule	jusqu'à 0,5 m/s	Jusqu'à 0,5 m/s
10 Temps de séjour	3 h	3 h
Rendement du four	$39,6(\text{kg/h}) / (27,2 \times 1,6 \times 0,9) (\text{m}^3)$ $= 1,01 \text{ kg/m}^3 \cdot \text{h}$	$39,6(\text{kg/h}) / (10 \times 1,5 \times 2) (\text{m}^3)$ $= 1,32 \text{ kg/m}^3 \cdot \text{h} *5)$
Consommation d'énergie électrique	189 kWh	136 kWh *6)

15 Notes :

5) La chaleur de réaction diffusait suffisamment étant donné la meilleure orientation des fibres dans le feutre par rapport au câble classique et le rendement du four était accru.

20 6) La différence entre les consommations d'énergie électrique, soit 53 kWh (189 - 136) représentait 32 kWh de perte de chaleur et 21 kWh de chaleur de chauffage des plateaux.

<u>25 Calcination</u>	Classique (filage centrifuge - câble)	Selon l'invention (filage centrifuge - feutre)
Longueur du four	17,6 m	14,8 m
Hauteur du four	1,6 m	0,1 m
Largeur du four	0,9 m	2 m
30 Temps de séjour	2 h	20 min
Quantité d'azote- véhicule gazeux	200 Nm ³ /h	90 Nm ³ /h *7)
Rendement du four	$39,6(\text{kg/h}) / (17,6 \times 1,6 \times 0,9) (\text{m}^3)$ $= 1,56 \text{ kg/m}^3 \cdot \text{h}$	$39,6(\text{kg/h}) / (14,8 \times 0,1 \times 2) (\text{m}^3)$ $= 13,4 \text{ kg/m}^3 \cdot \text{h} *8)$
35 Consommation d'énergie électrique	285 kWh	64 kWh *9)
Eau de refroidissement	5,5 m ³ /h	1,3 m ³ /h

Notes :

7) Etant donné la densité élevée de traitement, le mélange par circulation en sens inverse était faible étant donné l'écoulement en bloc. Ainsi, la quantité par unité de produit était aussi faible.

8) Comme seul le feutre est traité, il était possible de réduire la dimension du four et d'accroître ainsi remarquablement son rendement.

9) La différence entre 285 et 64 kWh, c'est-à-dire 221 kWh, comprenait la chaleur de chauffage des plateaux de 65 kWh, la chaleur de chauffage de N_2 soit 12 kWh, les pertes de chaleur de 122 kWh et d'autres quantités d'énergie de 22 kWh (énergie électrique d'entraînement de la pompe d'aspiration dans l'enceinte de substitution, etc.).

<u>Découpe</u>	Classique	Selon l'invention
Découpe	Les câbles ont été traités	Le feutre a été traité

Le tableau qui suit donne le rendement de fabrication et la consommation d'énergie dans l'exemple 1 et dans l'exemple comparatif, sous la forme suivante :

TABLEAU

Légende Etape	Rendement de fabrication kg/m ³ .h		Consommation d'énergie kwh	
	Selon l'invention	Procédé classique	Selon l'invention	Procédé classique
Mise à l'état infusible	1,32	1,01	136	189
Calcination	13,4	1,56	64	285

Comme l'indique le tableau qui précède, l'augmentation remarquable du rendement de production et de la consommation d'énergie a été réalisée à la fois dans le traitement de mise à l'état infusible et dans la calcina-

tion selon l'invention. Plus précisément, le rendement de fabrication a été augmenté d'environ 32 % dans le four de mise à l'état infusible et d'environ 759 % dans le four de calcination et, d'autre part, la quantité d'énergie consommée a été réduite d'environ 28 % dans le four de mise à l'état infusible et d'environ 78 % dans le four de calcination, l'effet montrant que ce perfectionnement est particulièrement remarquable dans le four de calcination.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un feutre de fibres de carbone, caractérisé en ce qu'il comprend successivement le filage à l'état fondu d'un brai capable de former des fibres, à l'aide d'une machine de filage centrifuge ayant un axe horizontal de rotation, l'étirage des fibres de brai ainsi filées à l'état fondu, la découpe des fibres ainsi étirées à l'aide d'au moins un organe 7 de coupe placé sur la plaque d'étirage de la machine de filage centrifuge, l'empilement des fibres coupées sur la courroie horizontale (11) d'un transporteur placé sous la machine de filage, le déplacement alternatif en direction parallèle à l'axe de rotation et le déplacement en direction perpendiculaire à l'axe de rotation afin qu'un feutre de fibres de brai se forme, puis le traitement du feutre de fibres empilées par mise à l'état infusible en atmosphère d'air contenant N₂ et par calcination en atmosphère inerte afin qu'un feutre de fibres de carbone soit obtenu.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le feutre destiné à former les fibres utilisées comme matière première a une teneur en carbone comprise entre 89 et 97 % en poids et une masse moléculaire moyenne en poids comprise entre 400 et 5000.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la machine de filage centrifuge est une machine à buse rotative.

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le diamètre d'une cuve rotative (2) de la machine de filage centrifuge est compris entre 100 et 500 mm.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étirage est réalisé à l'aide d'un souffle d'étirage ayant une vitesse comprise entre 80 et 120 m/s.

6. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le diamètre des trous de la buse (3) de la machine de filage centrifuge est compris entre 0,6 et 1,0 mm.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les fibres filées à l'état fondu sont empilées

après découpe à une longueur sensiblement constante.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la masse surfacique et l'épaisseur du feutre de fibres de carbone sont respectivement comprises entre 0,2 et 5 kg/m² et entre 10 et 100 mm.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la largeur de déplacement transversal de la courroie transporteuse (11) qui forme la surface sur laquelle les fibres filées sont empilées, ne dépasse pas 3 m.

10. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la courroie transporteuse (11) qui devient la surface sur laquelle sont empilées les fibres filées est perméable au gaz, et une aspiration est réalisée sur la face des fibres empilées sur la courroie transporteuse.

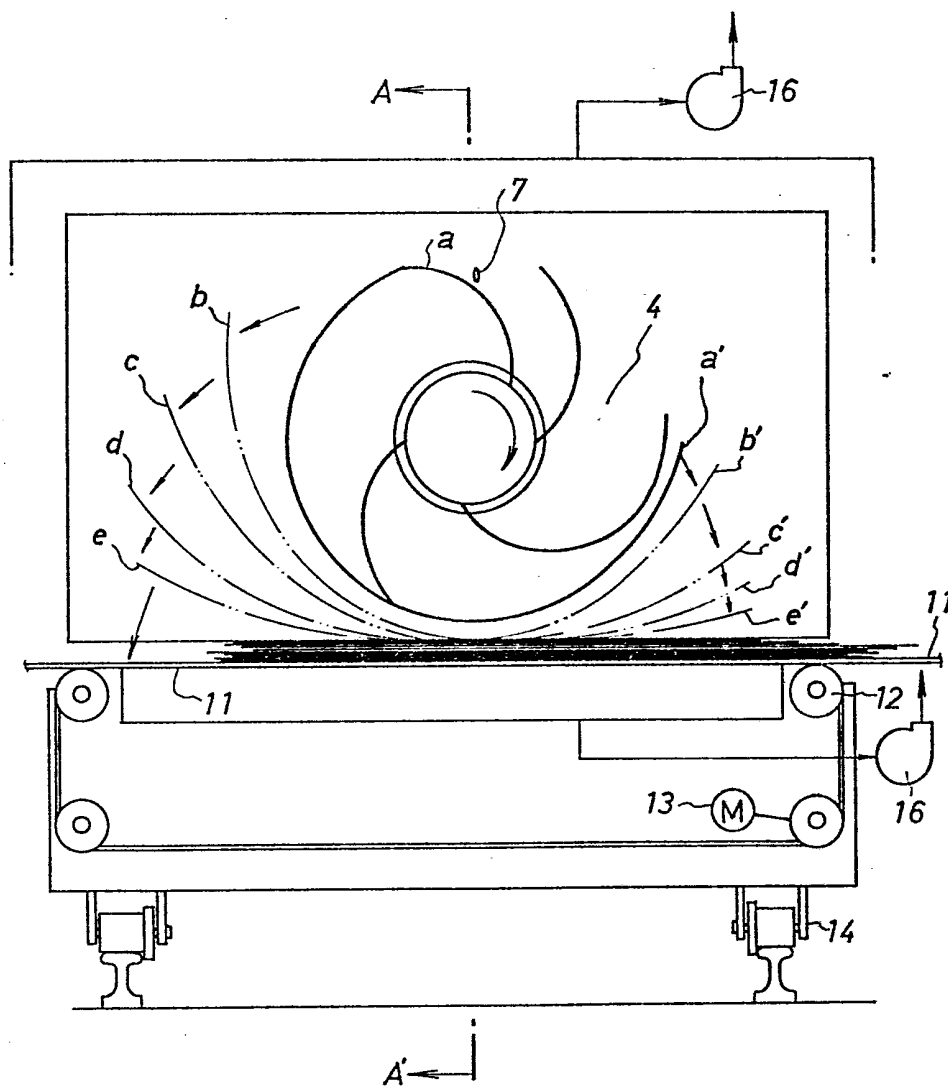
11. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'un gaz atmosphérique circule dans un four de mise à l'état infusible, en direction perpendiculaire à la direction d'orientation des fibres filées et circule dans ce four.

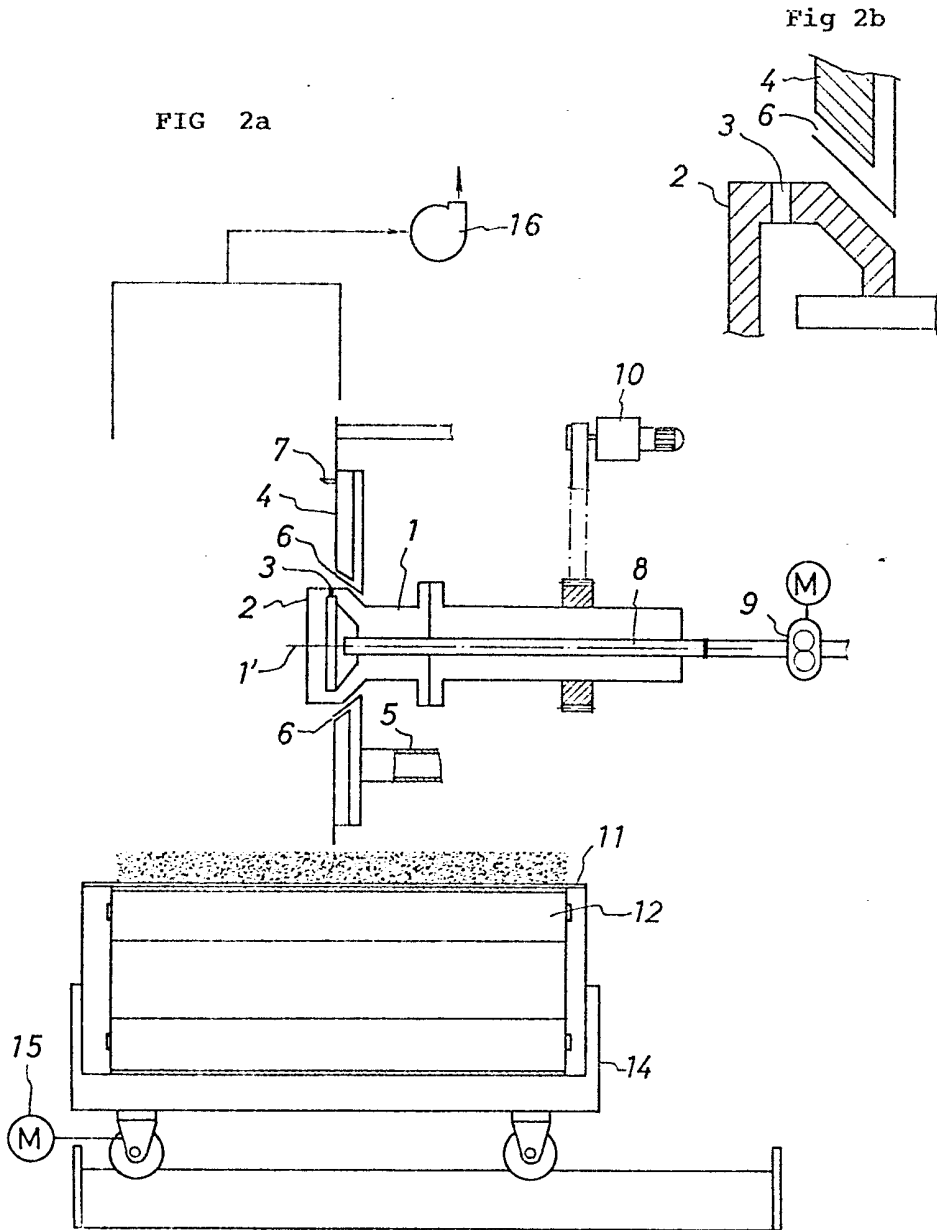
12. Appareil de fabrication continue d'un feutre de fibres de carbone, caractérisé en ce qu'il comprend (1) un appareil de fabrication d'un feutre de fibres de brai, comprenant (i) une machine de filage centrifuge qui comporte au moins un organe (7) de coupe des fibres de brai sur la plaque d'étirage de la machine, celle-ci étant disposée de manière que l'axe de rotation de la machine soit horizontal, et (iii) un transporteur à courroie horizontale (11) qui se déplace alternativement en translation en direction parallèle à l'axe de rotation de la machine de filage centrifuge et qui se déplace en direction perpendiculaire à la direction de l'axe de rotation, (2) un transporteur (19) destiné à transporter le feutre de fibres de brai, (3) un four de mise à l'état infusible, (4) un transporteur (24) destiné à transporter le feutre mis à l'état infusible, et (5) un four de calcination de type vertical.

13. Feutre de fibres de carbone, obtenu par

un procédé qui comprend successivement le filage à l'état fondu d'un brai destiné à former des fibres, à l'aide d'une machine de filage centrifuge ayant un axe horizontal de rotation, l'étirage des fibres de brai filées à l'état
5 fondu, la découpe des fibres étirées à l'aide d'au moins un organe de coupe (7) placé sur la plaque d'étirage de la machine de filage centrifuge, l'empilement des fibres ainsi coupées sur la courroie horizontale d'un transporteur placé sous la machine de filage, le déplacement alternatif
10 de la courroie en direction parallèle à l'axe de rotation et son déplacement en direction perpendiculaire à l'axe de rotation, afin qu'un feutre de fibres de brai se forme, puis le traitement du feutre de fibres ainsi empilées par mise à l'état infusible en atmosphère d'air contenant NO₂
15 et par calcination en atmosphère inerte.

Fig. 1





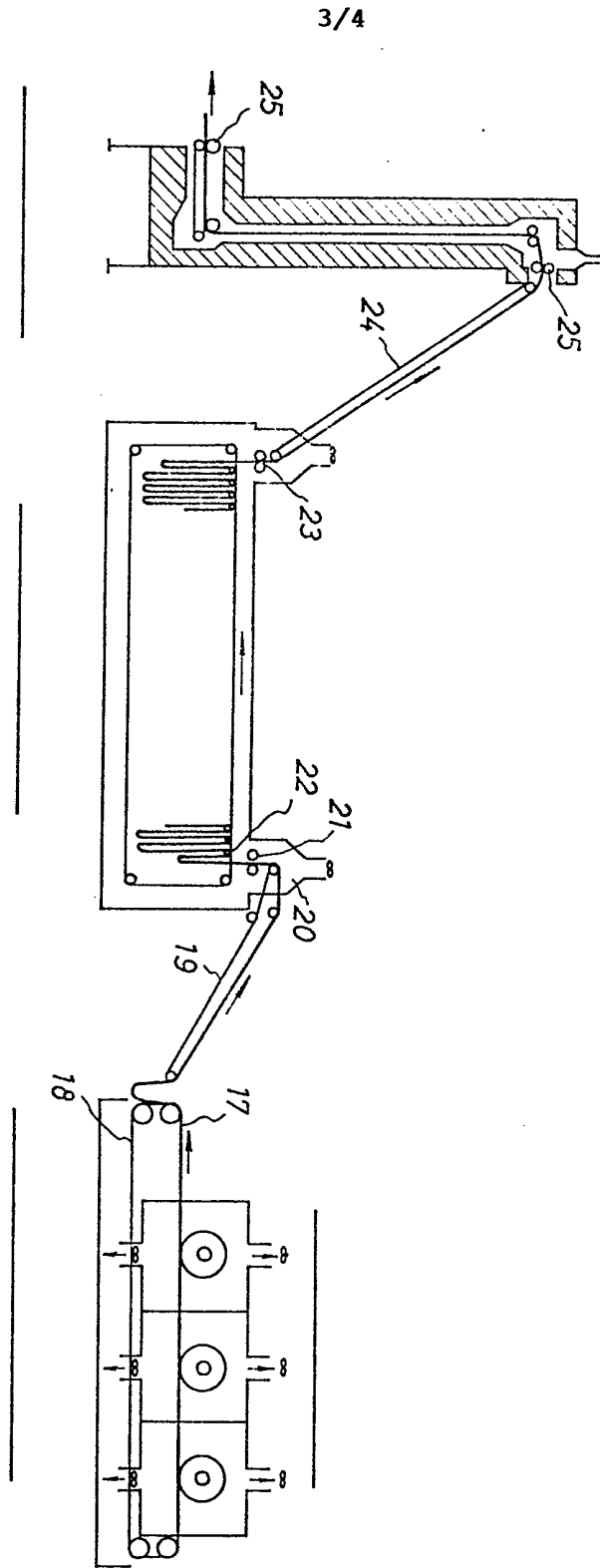


Fig. 3

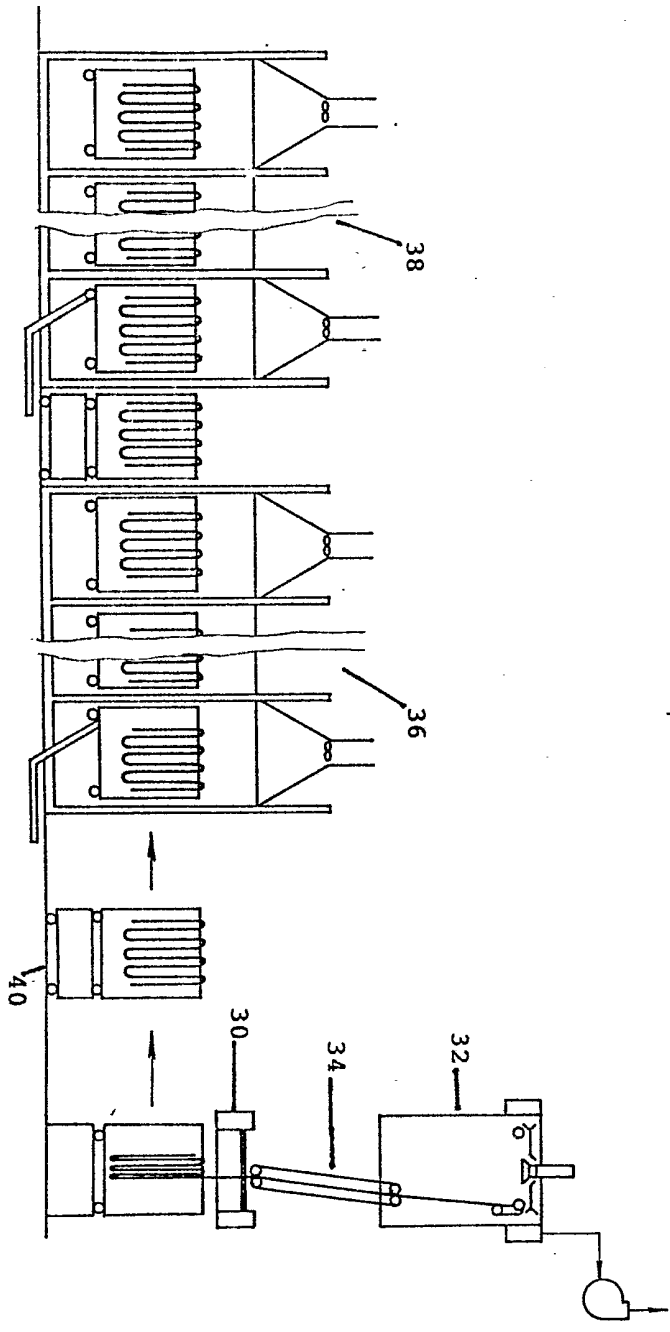


Fig. 4