

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 864 673**

51 Int. Cl.:

C10B 57/06 (2006.01)

C10B 53/07 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.03.2018** **PCT/US2018/025404**

87 Fecha y número de publicación internacional: **04.10.2018** **WO18183847**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.03.2018** **E 18719003 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.01.2021** **EP 3433339**

54 Título: **Método para recuperar fibras de carbono de residuos de material compuesto**

30 Prioridad:

01.04.2017 CN 201710213263

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

14.10.2021

73 Titular/es:

THE BOEING COMPANY (100.0%)
100 North Riverside Plaza
Chicago, IL 60606-1596, US

72 Inventor/es:

SUI, GANG;
YANG, XIAOPING;
JIN, XIN;
MING, ZHU y
WU, TIANYU

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 864 673 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

Método para recuperar fibras de carbono de residuos de material compuesto

Campo

5 La presente descripción pertenece al campo del reciclado de fibra de carbono, en particular en relación con métodos para recuperar fibras de carbono a partir de residuos de material compuesto, más particularmente en relación con métodos para recuperar fibras de carbono a partir de residuos de material compuesto mediante pirólisis catalítica.

Antecedentes

10 Los materiales compuestos de resina reforzada con fibra de carbono tienen excelentes propiedades tales como alta resistencia específica, alto módulo específico, resistencia al calor y resistencia a la corrosión y, por lo tanto, se utilizan ampliamente en los campos de la aviación, aeroespacial, fuentes de energía, transporte y equipamiento deportivo de alta gama.

15 Existe un problema en el tratamiento de materiales compuestos de resina reforzada con fibra de carbono de desecho, tales como materiales sobrantes producidos en la etapa de fabricación y final de servicio. Actualmente, los materiales compuestos de resina reforzada con fibra de carbono como residuos sólidos se tratan mediante molienda en polvo o partículas y se utilizan como rellenos para materiales de pavimentación, etc., o incluso en vertederos. Los materiales compuestos de resina reforzada con fibra de carbono contienen fibras de carbono de alto valor y estos métodos de tratamiento provocan un enorme desperdicio de recursos de fibra de carbono.

20 Ha habido diversos métodos relacionados con la técnica para descomponer los residuos de material compuesto de resina reforzada con fibra de carbono y separar las fibras de carbono para lograr la recuperación de las fibras de carbono. Estos métodos de la técnica relacionada incluyen descomposición de ácidos fuertes inorgánicos, descomposición de solventes orgánicos, descomposición de fluidos sub/supercríticos y descomposición térmica.

25 En el proceso de recuperación de la descomposición del ácido fuerte inorgánico y la descomposición del solvente orgánico, se utiliza una cantidad sustancial de solventes, que pueden causar contaminación al medio ambiente. Además, el proceso de operación de separación (por ejemplo, mediante separación, extracción, destilación de líquidos) de los solventes utilizados es complejo, lo que provoca un mayor coste de recuperación.

Aunque el método de tratamiento de agua supercrítica tiene las características de ser limpio y libre de contaminación, debe llevarse a cabo bajo condiciones de reacción de alta temperatura y alta presión, y tiene mayores requisitos sobre el equipo de reacción.

30 Entre los métodos relacionados para reciclar residuos de material compuesto de resina reforzada con fibra de carbono, el método más factible industrialmente es la descomposición térmica, incluyendo el método de lecho fluidizado y el método de pirólisis.

35 El método de lecho fluidizado incluye ubicar residuos de material compuesto de resina reforzada con fibra de carbono en aire caliente para su descomposición. Sin embargo, las fibras de carbono recuperadas se oxidan significativamente y las fibras de carbono se mueven y chocan violentamente en un reactor, un separador o más. En consecuencia, hay un gran número de ranuras sobre la superficie de las fibras de carbono recuperadas, la longitud de las fibras se acorta y las propiedades de las fibras se reducen notablemente. Además, el método de lecho fluidizado es complicado de operar.

40 Una descomposición térmica tradicional consiste en ubicar residuos de material compuesto de resina reforzada con fibra de carbono en una atmósfera de gas inerte, tal como nitrógeno y helio. La operación del proceso es simple. Sin embargo, hay una gran cantidad de carbono residual formado sobre la superficie de las fibras de carbono recuperadas, o sobre oxidación sobre la superficie de las fibras de carbono debido a la alta temperatura de funcionamiento, y todo esto da como resultado una reducción notable de las propiedades de las fibras de carbono recuperadas, y afectan significativamente la aplicación posterior de las fibras de carbono recuperadas y el valor de las fibras recicladas de las mismas. El documento JP 2004-091719 A es un método titulado para recuperar fibra de carbono. El documento CN 101 928 406 A se titula method for catalytically decomposing carbon fiber-reinforce thermosetting epoxy resin composite material.

Resumen

50 En un aspecto, un método para recuperar fibras de carbono a partir de desechos de material compuesto incluye recubrir un polvo catalizador soluble en agua sobre una superficie de material compuesto que tienen fibras de carbono y una matriz de resina, formando así un desecho de material compuesto recubierto; y pirolizar la matriz de resina del residuo de material compuesto recubierto. El catalizador en polvo soluble en agua incluye un catalizador principal y bicarbonato de sodio, en el que el catalizador principal incluye cloruro de zinc o una mezcla de cloruro de zinc, tetracloroaluminato de sodio y sulfato de zinc, en el que el paso de recubrimiento incluye rociar el polvo de catalizador

soluble en agua sobre el superficie del residuo de material compuesto con una cantidad de 0.1-0.5 g/cm², en la que la temperatura de reacción de pirólisis es 250-450 °C.

En otro aspecto, un método para recuperar fibras de carbono a partir de desechos de material compuesto incluye rociar un polvo catalizador soluble en agua sobre una superficie de desechos de material compuesto que tienen fibras de carbono y una matriz de resina con una cantidad de 0.1-0.5 g/cm², formando así un residuo de material compuesto cubierto con catalizador, y colocar el residuo de material compuesto cubierto con catalizador en un dispositivo de pirólisis y calentar el residuo de material compuesto cubierto con catalizador a 250 a 450 °C durante 10 a 30 minutos. El catalizador en polvo soluble en agua incluye un catalizador principal y bicarbonato de sodio, en el que el catalizador principal incluye cloruro de zinc o una mezcla de cloruro de zinc, tetracloroaluminato de sodio y sulfato de zinc.

Otros aspectos del método divulgado para recuperar fibras de carbono resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada, los dibujos adjuntos y las reivindicaciones adjuntas.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un diagrama de flujo que ilustra un método para recuperar fibras de carbono de desechos de material compuesto de acuerdo con un aspecto.

La Fig. 2 es una fotografía SEM de fibras de carbono recuperadas por pirólisis con adición de catalizador;

La Fig. 3 es una fotografía SEM de fibras de carbono recuperadas por pirólisis sin adición de catalizador;

La Fig. 4 es una fotografía SEM de fibras de carbono comerciales vírgenes.

La Fig. 5 es un gráfico que muestra que una disminución de la energía de activación de la reacción de pirólisis con la adición del catalizador puede alcanzar 10 kJ/mol; con ello, se reduce la temperatura y el tiempo de pirólisis, se ahorran las fuentes de energía;

La Fig. 6 es un diagrama de flujo de una metodología de servicio y fabricación de aeronaves; y

La Fig. 7 es un diagrama de bloques de una aeronave.

Descripción detallada

Como se muestra en la Fig. 1, un aspecto de la presente descripción se relaciona con un método para recuperar fibras de carbono de residuos de material compuesto, representado por el diagrama 10 de flujo. El método incluye recubrir un catalizador en polvo soluble en agua sobre una superficie de residuos de material compuesto que tienen fibras de carbono y una matriz de resina, representada por el bloque 12, y pirolizando la matriz de resina del residuo de material compuesto recubierto, representada por el bloque 14.

En un aspecto, el método incluye los siguientes pasos: (1) rociar uniformemente el catalizador en polvo soluble en agua sobre la superficie del residuo de material compuesto con una cantidad de 0.1-0.5 g/cm²; y (2) poner el residuo de material compuesto cubierto con catalizador en un dispositivo de pirólisis y calentar los materiales a 270-450 °C durante 10-30 minutos. Se produce una reacción de pirólisis en la matriz de resina del material compuesto durante este tiempo. Luego, se detiene el calentamiento y los desechos pirolizados se enfrían naturalmente a temperatura ambiente, y las fibras recuperadas se sacan del dispositivo de pirólisis y se limpian con agua desionizada usando ultrasonidos.

En comparación con las tecnologías existentes, el método de la presente descripción disminuye la temperatura pirolítica en 50-100 °C y reduce el tiempo de degradación en no menos de 10 minutos debido a la adición de catalizador. Por tanto, el consumo de energía se reduce durante el proceso de pirólisis. Además, el catalizador disuelto en agua después de la limpieza ultrasónica se puede reciclar. La eficacia de reciclado de las fibras de carbono en la presente descripción es muy alta y la relación de retención de la resistencia a la tracción del monofilamento puede alcanzar el 95 %. El proceso de operación es simple, por lo que es apto para producción industrial.

En un aspecto, el catalizador es un polvo sólido a temperatura ambiente, el punto de fusión está entre 250 y 400 °C y las propiedades químicas son estables. El catalizador incluye el catalizador principal y bicarbonato de sodio, en el que el catalizador principal es cloruro de zinc o una mezcla de cloruro de zinc, tetracloroaluminato de sodio y sulfato de zinc compuesto en una cierta relación, y en el que el bicarbonato de sodio como reactivo auxiliar se descompone para producir dióxido de carbono y agua durante el proceso de calentamiento, lo que facilita el efecto de catálisis del catalizador principal sobre la reacción de pirólisis que se produce en la matriz de resina del residuo de material compuesto.

En un aspecto, la matriz de resina en dicho residuo de material compuesto es resina epoxi, o la resina epoxi puede reemplazarse con una resina termoendurecible tal como poliéster insaturado, resina fenólica o resina termoplástica tal como poliolefina, nailon o poliéster.

En un aspecto, las fibras de carbono en el residuo de material compuesto son fibras de carbono con base en poliacrilonitrilo, o las fibras de carbono con base en poliacrilonitrilo se pueden reemplazar por fibras de carbono con base en asfalto.

5 En un aspecto, las fibras de carbono en los residuos de material compuesto tienen una morfología de fibras continuas, o las fibras continuas pueden reemplazarse por fibras largas, fibras cortas, fibras en polvo o tejidos de fibra de carbono.

En un aspecto, el catalizador se vuelve fundido como una película líquida que se adhiere a la superficie del material compuesto de fibra de carbono a una determinada temperatura, lo que facilita la degradación de la matriz de resina.

En un aspecto, las fibras de carbono recuperadas se someten a limpieza ultrasónica en agua para obtener fibras de carbono con una superficie limpia y una integridad estructural.

10 En un aspecto, el catalizador se puede reciclar de la solución acuosa y las fibras de carbono recuperadas no se oxidan, lo que tiene una alta relación de retención de propiedades mecánicas y es bueno para aplicaciones futuras.

El objetivo de la presente descripción es proporcionar un método capaz de lograr la separación y recuperación efectivas de fibras de carbono de alto rendimiento a partir de residuos de material compuesto de resina reforzada con fibra de carbono, para aumentar la eficiencia de recuperación, reducir el consumo de energía y coste en el proceso de recuperación, y lograr ahorros de recursos y bajo impacto en el medio ambiente.

15 La esencia de la presente descripción radica en reducir la temperatura y el tiempo de pirólisis de la matriz de resina en materiales compuestos de fibra de carbono residual mediante la adición de catalizador. El catalizador forma una película líquida sobre la superficie de los materiales compuestos residuales y penetra en el material, de modo que se reducen la temperatura y el tiempo de descomposición de la matriz de resina. Una pequeña cantidad del producto de degradación de la matriz de resina se combina con el catalizador y se enfría para formar un sólido, y después de la limpieza ultrasónica con agua desionizada, se pueden obtener fibras de carbono con una superficie limpia y una integridad estructural. La tasa de recuperación de masa de las fibras de carbono obtenidas en la presente descripción es muy alta y la relación de retención de la resistencia a la tracción del monofilamento puede alcanzar el 95 %, lo que es ventajoso para diversas aplicaciones posteriores.

25 Preferiblemente, el catalizador es un polvo sólido a temperatura ambiente, el punto de fusión está entre 250 y 400 °C y las propiedades químicas son estables. El catalizador consta de catalizador principal y bicarbonato de sodio. El catalizador principal es el cloruro de zinc o una mezcla de cloruro de zinc, tetracloroaluminato de sodio y sulfato de zinc en una cierta relación. El bicarbonato de sodio como reactivo auxiliar se descompone para producir dióxido de carbono y agua en el proceso de aumento de temperatura, lo que puede facilitar el efecto de catálisis del catalizador principal en la reacción de pirólisis que ocurre en la matriz de resina del material compuesto. La mezcla del catalizador principal y el bicarbonato de sodio se pulveriza uniformemente sobre la superficie del material en una cantidad de 0.1-0.5 g/cm².

30 Dicha temperatura de reacción de pirólisis es 250-450 °C. De acuerdo con la prueba TGA, la matriz de resina se puede degradar completamente a 450 °C en atmósfera de aire, y las fibras de carbono difícilmente se pueden oxidar, por lo que las propiedades de las fibras de carbono recicladas se pueden conservar muy bien. Si la temperatura es superior a 450 °C, la superficie de las fibras de carbono se oxidará, lo que provocará un mal rendimiento. Cuando la temperatura es inferior a 250 °C, la tasa de degradación de la resina es baja, incluso la degradación de la resina podría ser incompleta, lo que aumentará el tiempo y el coste del tratamiento, o no podrá obtener fibras recicladas limpias.

35 En comparación con la técnica anterior, el método en la presente descripción tiene las siguientes ventajas: en primer lugar, el equipo es simple, el proceso tecnológico es fácil y el coste del tratamiento es bajo. Y en segundo lugar, la presente descripción no solo puede lograr la descomposición completa de la matriz de resina en el residuo de material compuesto (fotografías SEM de fibras de carbono recuperadas por pirólisis con adición de catalizador, fibras de carbono recuperadas por pirólisis sin adición del catalizador y fibra de carbono comercial virgen que muestran en las Figs.2, 3 y 4), sino también reducir la energía de activación requerida para la degradación térmica de la matriz de resina (como se muestra en la Fig.4) en la que la disminución de la energía de activación de la reacción de pirólisis con la adición del catalizador puede alcanzar 10 kJ/mol; por lo tanto, y se reducen la temperatura y el tiempo de pirólisis, se ahorran las fuentes de energía. El catalizador también se puede reciclar y la viabilidad de reciclar fibras de carbono se mejora enormemente. Por lo tanto, la presente descripción tiene ventajas tales como alta eficiencia, bajo coste y aplicación industrial.

50 La presente descripción se describe con más detalle junto con aspectos particulares a continuación.

Ejemplo 1

55 En un residuo de material compuesto de fibra de carbono elegido, las fibras de carbono son Toray T700, la resina de matriz es resina epoxi 4,4'-diaminodifenilmetano, y el agente de curado es diaminodifenil sulfona, en el que las fibras de carbono tienen una fracción de masa de 65 %, una placa de material compuesto de fibra de carbono de 2 mm de espesor se corta en unos 25 cm², ubicada en un crisol cuadrado, luego se coloca en un horno de pirólisis y se calienta a 450 °C, de modo que la matriz de resina en el material compuesto se somete a una reacción de pirólisis a esta

temperatura, el calentamiento se detiene después de 20 min, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, se saca un producto, y luego el producto se ubica en agua desionizada, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.05 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 82.7 % con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Para la misma muestra de material compuesto de fibra de carbono, el catalizador se rocía uniformemente sobre la superficie del mismo, siendo la relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio en el catalizador 75 : 5 : 10 : 10, siendo la cantidad del catalizador 0.1 g/cm². Luego, la muestra se ubica en un horno de pirólisis y se calienta a 270 °C, de modo que la matriz de resina en el material compuesto de fibra de carbono se somete a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 30 min, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, se saca un producto, y luego el producto se coloca en agua desionizada, sujeto a limpieza ultrasónica, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.11 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 83.9 % con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Para la misma muestra de material compuesto de fibra de carbono, el catalizador se rocía uniformemente sobre la superficie del mismo, siendo la relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio 75 : 5 : 10 : 10, siendo la cantidad del catalizador 0.1 g/cm², luego, la muestra se ubica en un horno de pirólisis y se calienta a 350 °C, de modo que la matriz de resina en el material compuesto de fibra de carbono se somete a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 20 min, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, se saca un producto, y luego el producto se ubica en agua desionizada, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.19 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 85.5% con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Para la misma muestra de material compuesto de fibra de carbono, a catalizador se rocía uniformemente sobre la superficie del mismo, siendo la relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio 75 : 5 : 10 : 10, siendo la cantidad del catalizador 0.1 g/cm², luego, la muestra se ubica en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, de modo que la matriz de resina en el material compuesto de fibra de carbono se somete a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 10 min, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, se saca un producto, y luego el producto se ubica en agua desionizada, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.39 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 89.6% con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Para la misma muestra de material compuesto de fibra de carbono, un catalizador se rocía uniformemente sobre la superficie del mismo, siendo la relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio 75 : 5 : 10 : 10, siendo la cantidad del catalizador 0.1 g/cm², luego, la muestra se ubica en un horno de pirólisis y se calienta a 450 °C, de modo que la matriz de resina en el material compuesto de fibra de carbono se somete a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 10 min, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, se saca un producto, y luego el producto se ubica en agua desionizada, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.27 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 87.1% con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Ejemplo 2

En un residuo de material compuesto de fibra de carbono elegido, las fibras de carbono son Toray T700, la matriz de resina es una resina epoxi de 4,4'-diaminodifenilmetano, y el agente de curado es diaminodifenil sulfona, en el que las fibras de carbono tienen una fracción de masa de 65 %, una placa de material compuesto de fibra de carbono de 2 mm de espesor se corta en unos 25 cm², ubicada en un crisol cuadrado, luego se coloca en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, para que la matriz de resina en el material compuesto de resina de fibra de carbono experimente una reacción de pirólisis, el calentamiento se detiene después de 30 min, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, se saca un producto, y luego el producto se ubica en agua desionizada, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.10 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 83.7% con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Para la misma muestra de material compuesto de fibra de carbono, un catalizador se rocía uniformemente sobre la superficie del mismo, siendo la relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a

bicarbonato de sodio 75 : 5 : 10 : 10, siendo la cantidad de cloruro de zinc 0.1 g/cm², luego, la muestra se ubica en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, para que la resina en el material compuesto de resina de fibra de carbono se someta a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 20 min, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, se saca un producto, y luego el producto se ubica en agua desionizada, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.45 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 90.8% con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Ejemplo 3

En un residuo de material compuesto de fibra de carbono elegido, las fibras de carbono son Toray T700, la matriz de resina es una resina epoxi de 4,4'-diaminodifenilmetano, y el agente de curado es diaminodifenil sulfona, en el que las fibras de carbono tienen una fracción de masa de 65 %, una placa de material compuesto de fibra de carbono de 2 mm de espesor se corta en unos 25 cm², ubicada en un crisol cuadrado cuya superficie está recubierta con un catalizador con una relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio de 75 : 5 : 10 : 10 y una cantidad de catalizador de 0.1 g/cm², luego se coloca en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, para que la matriz de resina en el material compuesto de resina de fibra de carbono experimente una reacción de pirólisis, se detiene el calentamiento después de 10 min, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, se saca un producto, y luego el producto se ubica en agua desionizada, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.17GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 85.1 % con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Para la misma muestra de material compuesto de fibra de carbono, un catalizador se rocía uniformemente sobre la superficie del mismo, siendo la relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio en el catalizador 75 : 5 : 10 : 10, siendo la cantidad del catalizador 0.3 g/cm², Luego, la muestra se ubica en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, para que la resina en el material compuesto de resina de fibra de carbono se someta a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 10 min, se detiene el calentamiento, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, a continuación se toma un producto, y luego el producto se coloca en agua, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.49 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 91.6 % con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Ejemplo 4

En un residuo de material compuesto de fibra de carbono elegido, las fibras de carbono son Toray T700, la matriz de resina es una resina epoxi de 4,4'-diaminodifenilmetano, y el agente de curado es diaminodifenil sulfona, en el que las fibras de carbono tienen una fracción de masa de 65 %, una placa de material compuesto de fibra de carbono de 2 mm de espesor se corta en unos 25 cm², ubicada en un crisol cuadrado de los cuales la superficie se rocía uniformemente con un catalizador con una relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio de 80 : 20 : 0 : 0 y una cantidad de catalizador de 0.5 g/cm², luego se coloca en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, para que la resina en el material compuesto de resina de fibra de carbono se someta a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 10 min, se detiene el calentamiento, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, a continuación se toma un producto, y luego el producto se coloca en agua, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.50 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 91.8% con respecto al de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Ejemplo 5

En un residuo de material compuesto de fibra de carbono elegido, las fibras de carbono son Toray T700, la matriz de resina es una resina epoxi de 4,4'-diaminodifenilmetano, y el agente de curado es diaminodifenil sulfona, en el que las fibras de carbono tienen una fracción de masa de 65 %, una placa de material compuesto de fibra de carbono de 2 mm de espesor se corta en unos 25 cm², ubicada en un crisol cuadrado de los cuales la superficie se rocía uniformemente con un catalizador con una relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio de 100 : 0 : 0 : 0 y una cantidad de catalizador de 0.3 g/cm², luego se coloca en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, para que la resina en el material compuesto de resina de fibra de carbono se someta a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 20 min, se detiene el calentamiento, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, a continuación se toma un producto, y luego el producto se coloca en agua, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.36 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 89.0% con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Ejemplo 6

En un residuo de material compuesto de fibra de carbono elegido, las fibras de carbono son Toray T700, la matriz de resina es una resina epoxi de 4,4'-diaminodifenilmetano, y el agente de curado es diaminodifenil sulfona, en el que las fibras de carbono tienen una fracción de masa de 65%, una placa de material compuesto de fibra de carbono de 2 mm de espesor se corta en unos 25 cm², ubicada en un crisol cuadrado de los cuales la superficie se rocía uniformemente con un catalizador con una relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio de 75 : 5 : 10 : 10 y una cantidad de catalizador de 0.3 g/cm², luego se coloca en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, para que la resina en el material compuesto de resina de fibra de carbono se someta a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 20 min, se detiene el calentamiento, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, a continuación se toma un producto, y luego el producto se coloca en agua, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.56 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 93.1% con respecto al de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Ejemplo 7

En un residuo de material compuesto de fibra de carbono elegido, las fibras de carbono son Toray T700, la matriz de resina es una resina epoxi de 4,4'-diaminodifenilmetano, y el agente de curado es diaminodifenil sulfona, en el que las fibras de carbono tienen una fracción de masa de 65 %, una placa de material compuesto de fibra de carbono de 2 mm de espesor se corta en unos 25 cm², ubicada en un crisol cuadrado de los cuales la superficie se rocía uniformemente con un catalizador con una relación de masa de cloruro de zinc a tetracloroaluminato de sodio a sulfato de zinc a bicarbonato de sodio de 75 : 5 : 10 : 10 y una cantidad de catalizador de 0.3 g/cm², luego se coloca en un horno de pirólisis y se calienta a 400 °C, para que la resina en el material compuesto de resina de fibra de carbono se someta a una reacción de pirólisis a esta temperatura durante 30 min, se detiene el calentamiento, el material se enfría naturalmente a temperatura ambiente, a continuación se toma un producto, y luego el producto se coloca en agua, sujeto a limpieza ultrasónica durante 10 min, y se seca para obtener fibras de carbono recuperadas. De acuerdo con la norma ASTM-D 3379, las fibras de carbono se someten a una prueba de tracción de monofilamento, y la resistencia a la tracción del monofilamento es 4.66 GPa. La rata de retención de la resistencia a la tracción es 95.1% con respecto a la de los monofilamentos de fibra de carbono comerciales T700.

Se pueden describir ejemplos de la presente descripción en el contexto de un método 100 de fabricación y servicio de aeronaves, como se muestra en la Fig. 6, y una aeronave 102, como se muestra en la Fig. 7. Durante la preproducción, el método 100 de fabricación y servicio de aeronaves puede incluir la especificación y el diseño 104 de la aeronave 102 y la adquisición 106 de material. Durante la producción, tiene lugar la fabricación 108 de componente/subensamblaje y el sistema 110 de integración de la aeronave 102. A partir de entonces, la aeronave 102 puede pasar por la certificación y suministro 112 para ser puesta en servicio 114. Mientras está en servicio por un cliente, la aeronave 102 está programada para el mantenimiento y el servicio 116 de rutina, que también puede incluir modificación, reconfiguración, renovación y similares.

Cada uno de los procesos del método 100 puede ser realizado o llevado a cabo por un integrador de sistemas, un tercero y/o un operador (por ejemplo, un cliente). Para los propósitos de esta descripción, un integrador de sistemas puede incluir, sin limitación, cualquier número de fabricantes de aeronaves y subcontratistas de sistemas principales; un tercero puede incluir, sin limitación, cualquier número de vendedores, subcontratistas y proveedores; y un operador puede ser una aerolínea, una empresa de arrendamiento financiero, una entidad militar, una organización de servicios, etc.

Los métodos divulgados pueden emplearse durante una o más de las etapas del método 100 de fabricación y servicio de aeronaves, en particular durante la adquisición 106 de material, fabricación 108 de componente/subensamblaje, sistema 110 de integración y mantenimiento de rutina y servicio 116.

Como se muestra en la Fig. 7, la aeronave 102 producida por el método 100 de ejemplo puede incluir un fuselaje 118 con una pluralidad de sistemas 120 y un interior 122. Los ejemplos de la pluralidad de sistemas 120 pueden incluir uno o más de un sistema 124 de propulsión, un sistema 126 eléctrico, un sistema 128 hidráulico y un sistema 130 ambiental. Puede incluirse cualquier número de otros sistemas. Los métodos divulgados se pueden emplear para cualquiera de los sistemas de la aeronave 902, incluyendo particularmente cualquiera de los sistemas en los que se utilizan materiales que contienen fibra de carbono. Además, los métodos divulgados pueden emplearse después de la retirada del servicio de una aeronave 102.

Los métodos divulgados se describen en el contexto de una aeronave; sin embargo, un experto en la técnica reconocerá fácilmente que los métodos divulgados se pueden utilizar para una variedad de vehículos y no vehículos. Por ejemplo, las implementaciones de los aspectos descritos en el presente documento pueden implementarse en cualquier tipo de vehículo incluyendo, por ejemplo, helicópteros, barcos de pasajeros y automóviles o en cualquier tipo de no vehículo, por ejemplo, artículos deportivos, artículos de construcción y productos de comunicación.

Aunque se han mostrado y descrito diversos aspectos de los métodos divulgados, a los expertos en la técnica se les pueden ocurrir modificaciones al leer la memoria descriptiva. La presente solicitud incluye tales modificaciones y está limitada únicamente por el alcance de las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método (10) para recuperar fibras de carbono a partir de residuos de material compuesto, comprendiendo el método:
5 recubrir (12) un polvo de catalizador soluble en agua sobre una superficie de residuo de material compuesto que tiene fibras de carbono y una matriz de resina; formando así un residuo de material compuesto recubierto; y
pirolizar (14) la matriz de resina del residuo de material compuesto recubierto, en el que
10 el catalizador en polvo soluble en agua incluye un catalizador principal y bicarbonato de sodio, en el que el catalizador principal incluye cloruro de zinc o una mezcla de cloruro de zinc, tetracloroaluminato de sodio y sulfato de zinc, en el que el paso de recubrimiento incluye rociar el polvo de catalizador soluble en agua sobre la superficie del residuo de material compuesto con una cantidad de 0.1-0.5 g/cm², en el que la temperatura de reacción de pirólisis es 250-450 °C.
2. El método de la reivindicación 1, en el que el paso de pirolización incluye poner el residuo de material compuesto recubierto en un dispositivo de pirólisis.
3. El método de la reivindicación 1, en el que el paso de pirolización incluye calentar a la temperatura de reacción de
15 pirólisis durante 10 a 30 minutos.
4. El método de la reivindicación 3, que comprende además detener el calentamiento y enfriar naturalmente a temperatura ambiente.
5. El método de la reivindicación 1, en el que el catalizador es un polvo sólido a temperatura ambiente, tiene un punto de fusión entre 250 °C y 400 °C y tiene propiedades químicas estables.
- 20 6. El método de la reivindicación 1, en el que la matriz de resina incluye una resina termoendurecible.
7. El método de la reivindicación 6, en el que la resina termoendurecible incluye al menos una resina epoxi, poliéster insaturado y resina fenólica.
8. El método de la reivindicación 1, en el que la matriz de resina incluye una resina termoplástica, en el que la resina termoplástica incluye al menos uno de poliolefina, nailon y poliéster.
- 25 9. El método de la reivindicación 1, en el que las fibras de carbono incluyen al menos una de las fibras de carbono con base en poliacrilonitrilo y fibras de carbono con base en asfalto.
10. El método de la reivindicación 1, en el que una morfología de las fibras de carbono incluye al menos una de fibras continuas, fibras largas, fibras cortas, fibras en polvo y tejidos de fibra de carbono.
- 30 11. El método de la reivindicación 1, en el que el catalizador se vuelve fundido como una película líquida que se adhiere a una superficie del residuo de material compuesto, facilitando así la degradación de la matriz de resina.
12. El método de la reivindicación 1, que comprende además someter fibras de carbono recuperadas a limpieza ultrasónica en agua para obtener fibras de carbono con una superficie limpia.
13. Un método para recuperar fibras de carbono a partir de desechos de material compuesto, comprendiendo el método:
35 pulverizar un catalizador en polvo soluble en agua sobre una superficie de residuo de material compuesto que tiene fibras de carbono y una matriz de resina con una cantidad de 0.1-0.5 g/cm², formando así un residuo de material compuesto recubierto de catalizador; y
poner el residuo de material compuesto cubierto con catalizador en un dispositivo de pirólisis y calentar el residuo de material compuesto cubierto con catalizador a 250 a 450 °C durante 10 a 30 minutos, en el que
40 el catalizador en polvo soluble en agua incluye un catalizador principal y bicarbonato de sodio, en el que el catalizador principal incluye cloruro de zinc o una mezcla de cloruro de zinc, tetracloroaluminato de sodio y sulfato de zinc.
14. El método de la reivindicación 13, que comprende además detener el calentamiento y enfriar naturalmente a temperatura ambiente, comprendiendo el método además sacar las fibras de carbono del dispositivo de pirólisis y limpiar por ultrasonidos las fibras de carbono en agua para obtener fibras de carbono con una superficie limpia.
- 45 15. El método de la reivindicación 13, en el que el catalizador en polvo soluble en agua es un polvo sólido a temperatura ambiente, tiene un punto de fusión entre 250 °C y 400 °C y tiene propiedades químicas estables.

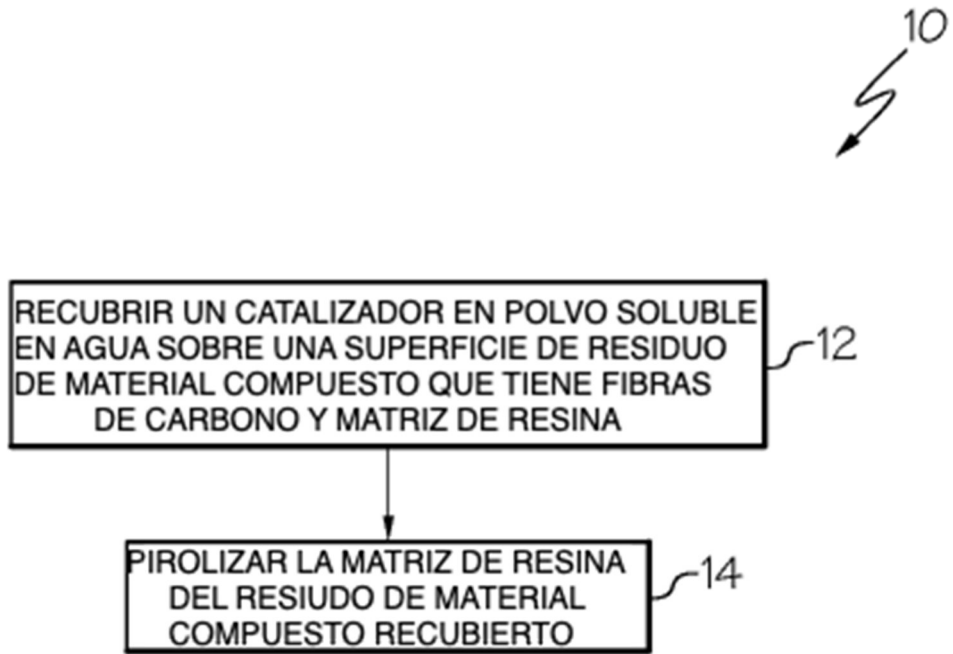


FIG. 1

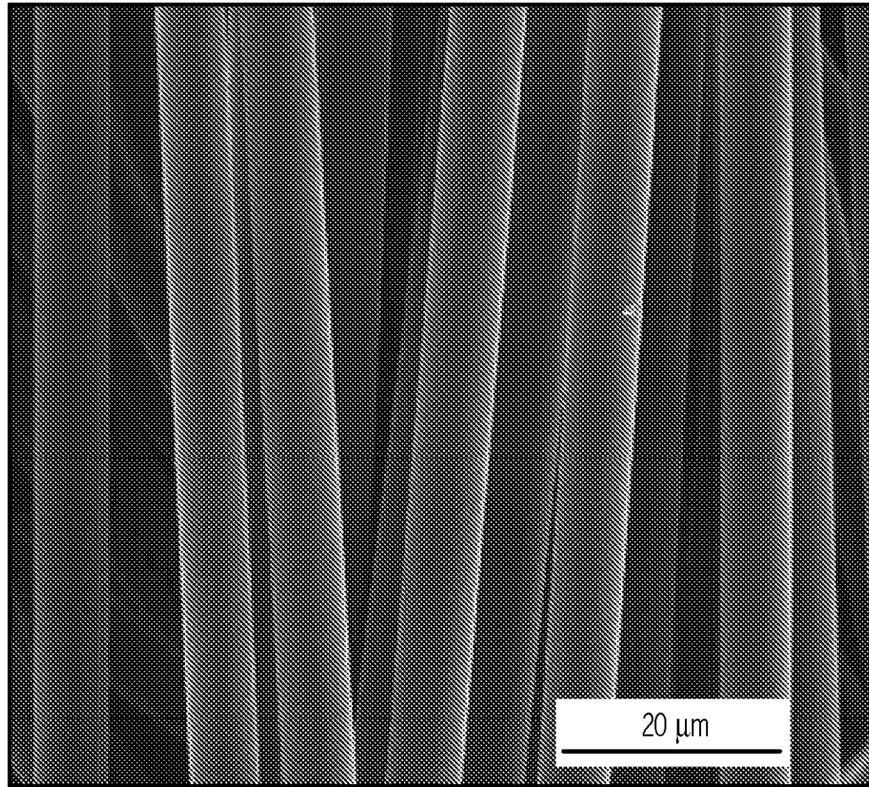


FIG. 2

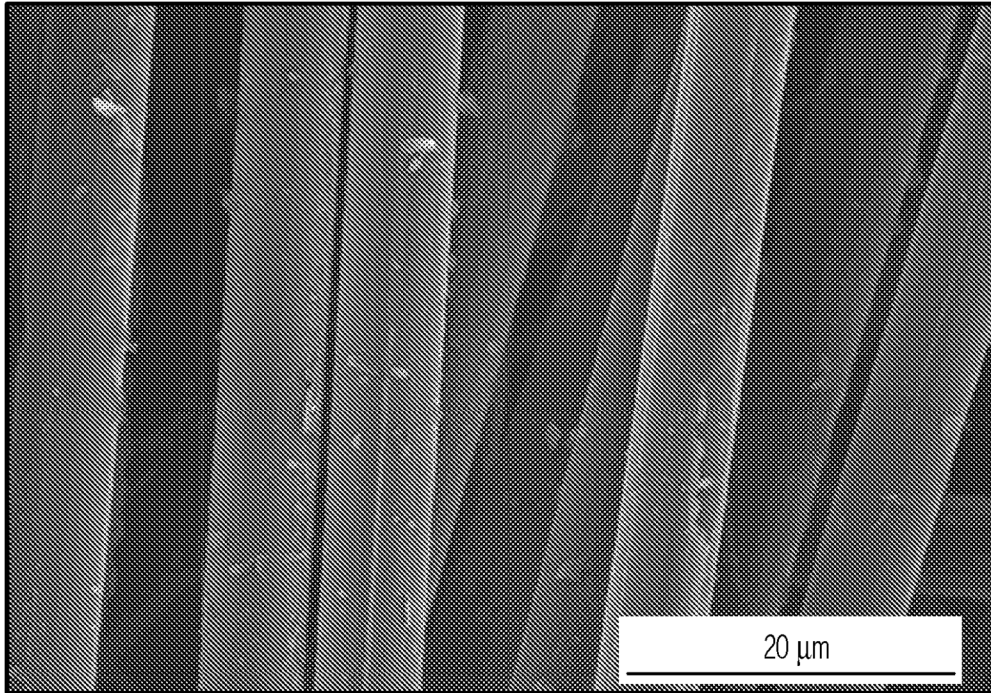


FIG. 3

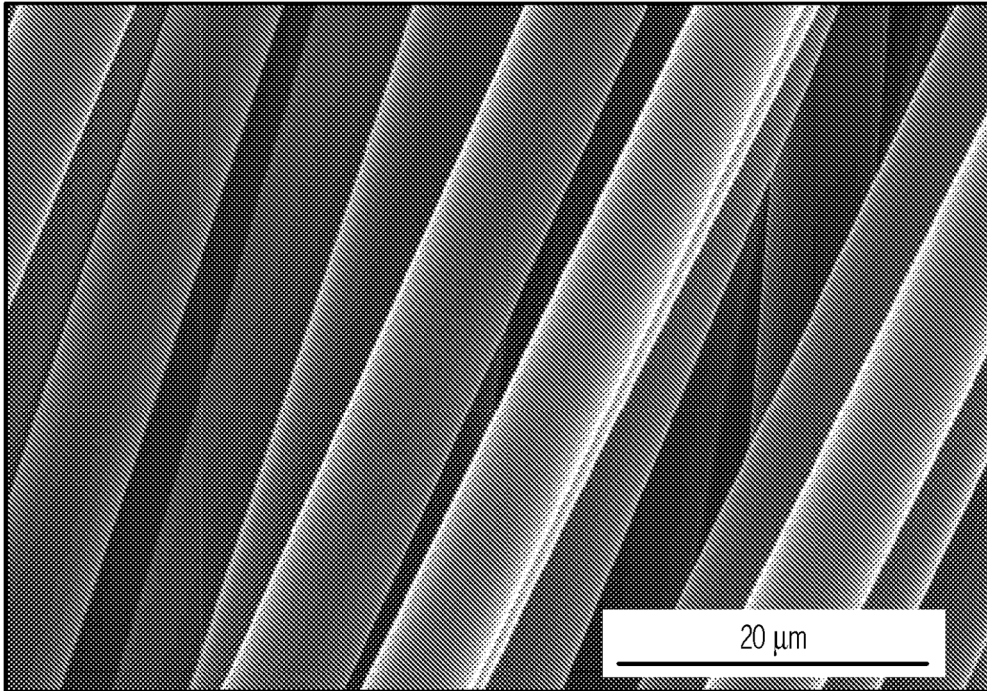


FIG. 4

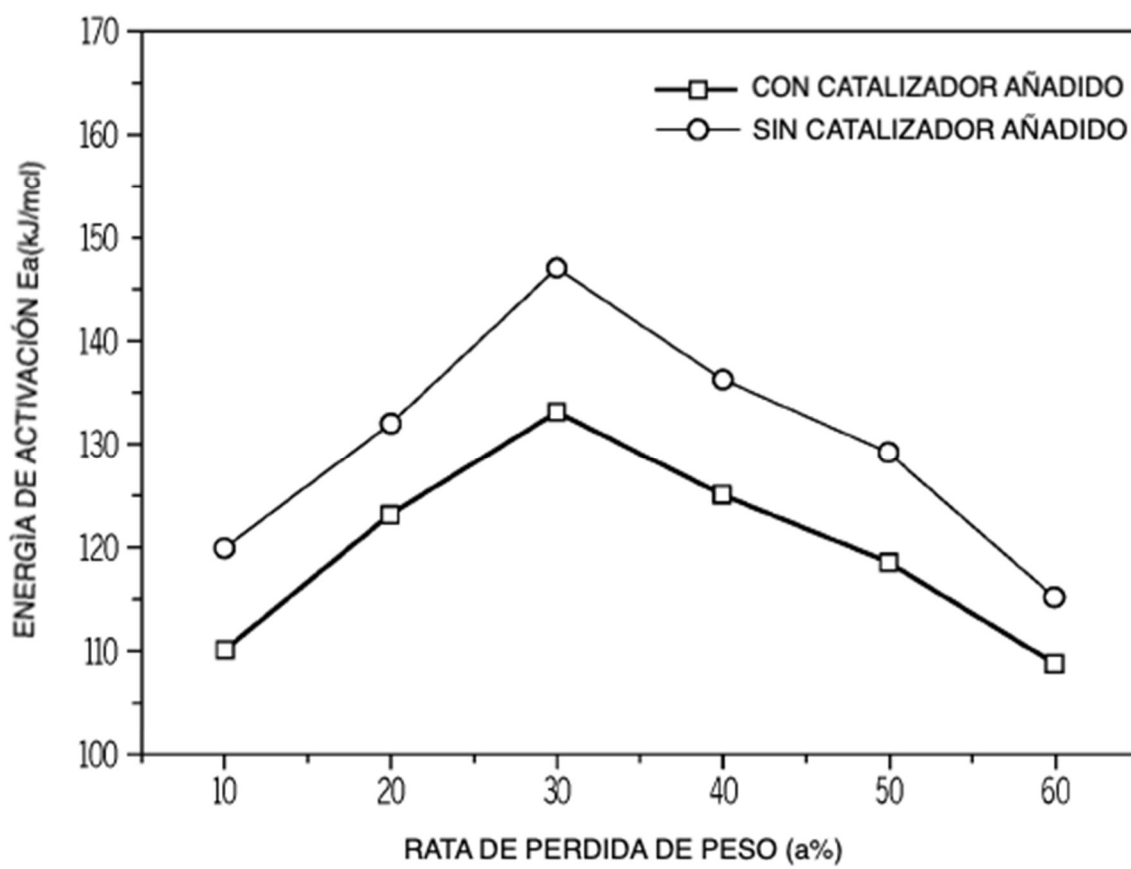


FIG. 5

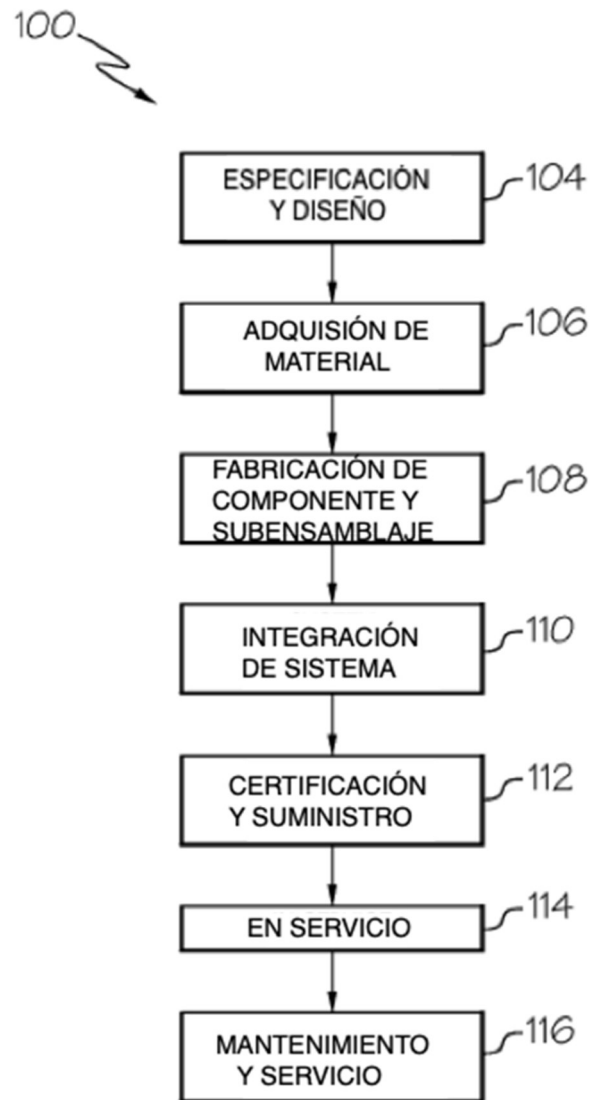


FIG. 6

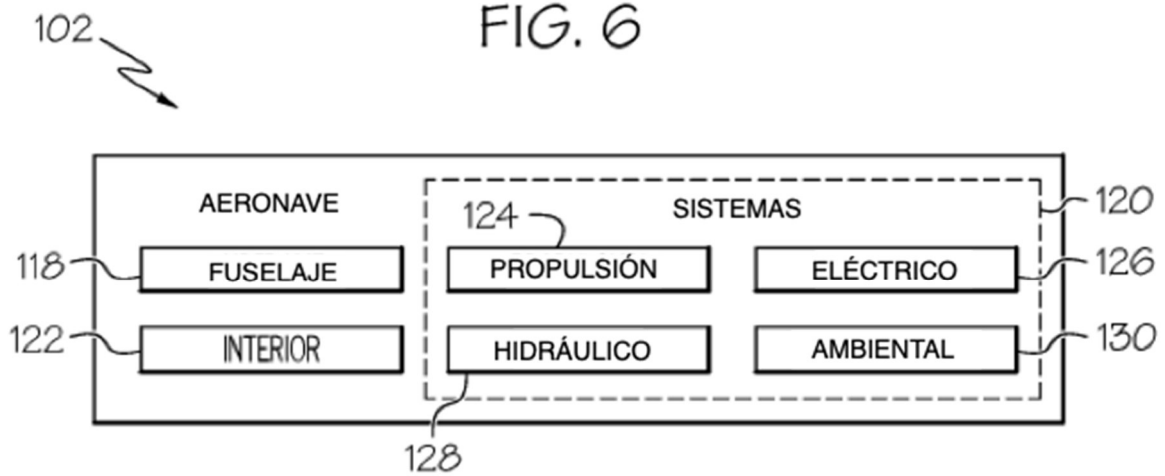


FIG. 7