

ITALIAN PATENT OFFICE

Document No.

102011901958235A1

Publication Date

20121227

Applicant

TECNOCARBON ANT S.R.L.

Title

PROCEDIMENTO ED APPARECCHIATURA PER LA PRODUZIONE DI FILO
DI CARBONIO

DESCRIZIONE dell'invenzione industriale dal titolo:

"Procedimento ed apparecchiatura per la produzione di filo di carbonio"

di: Tecnocarbon ant S.r.l., nazionalità italiana, Via Sagliano Micca 4 - 10121 Torino TO

Inventore designato: Roberto ANSALDI

Depositata il: 27 giugno 2011

TESTO DELLA DESCRIZIONE

Campo dell'invenzione

La presente invenzione si riferisce alla produzione di filo di carbonio destinato, ad esempio, ad essere tessuto e pre-impegnato con resina per la realizzazione di prodotti compositi ad elevata resistenza e basso peso.

Stato della tecnica anteriore

La produzione di filo di carbonio avviene attualmente partendo da poliacronitrile (PAN), un polimero a base acronicrilica ottenuto dalla raffinazione del greggio, attraverso tre passaggi termici: ossidazione a 350°C, riscaldamento a 2000°C in atmosfera inerte, carbonizzazione a 1500-1700°C. Con tale processo si ottengono filamenti di grafene i quali, uniti tra loro, formano il filo di carbonio che viene successivamente tessuto e pre-impegnato con resina per ottenere un prodotto lavorabile.

Questa metodologia convenzionale presenta una serie di inconvenienti, così sintetizzabili

- costi di produzione elevati a causa dei tre passaggi termici,
- materia prima che risente dell'andamento del costo del greggio,
- grado di purezza del filo non ottimale (percentuale di carbonio compresa 94 e 98%),

- impianti di grandi dimensioni e molto costosi,
- impatto ambientale elevato.

Sono anche state proposte in letteratura tecniche di produzione di filo di carbonio attraverso la generazione di nanotubi di carbonio (CNT) a partire da anidride carbonica, i quali tuttavia non sembrano avere fino ad oggi conseguito risultati industrialmente vantaggiosi.

Sintesi dell'invenzione

Lo scopo dell'invenzione è quello di rendere disponibile un procedimento per la produzione di filo di carbonio a partire da nanotubi di carbonio (CNT) che risolva gli inconvenienti delle metodologie di produzione tradizionali, ovvero che consenta di produrre industrialmente filo di carbonio ad elevato grado di purezza, con un unico passaggio termico e con l'impiego di un'apparecchiatura di produzione massiva relativamente semplice e poco costosa, e inoltre con un impatto ambientale apprezzabilmente più basso grazie alla soppressione pressochè totale di emissioni inquinanti.

Questo scopo viene conseguito grazie ad un procedimento così come definito nei suoi termini più generali nella rivendicazione 1 e ad un'apparecchiatura enunciata nella rivendicazione 5, e nelle ulteriori rivendicazioni ad esse subordinate.

In sintesi la generazione di nanotubi di carbonio dal cui intreccio viene ricavato il filo di carbonio prevede l'iniezione di cinque componenti: tre gas (idrogeno, anidride carbonica ed acetilene) e due liquidi (etanolo e ferrocene) entro una camera di miscelazione, e quindi il successivo riscaldamento della miscela così ottenuta entro una camera termica in depressione, ad una temperatura relativamente bassa, sufficiente per realizzare la

disgregazione molecolare degli idrocarburi e la generazione dei nanotubi che, sotto l'effetto del catalizzatore costituito dal ferrocene, si intrecciano tra loro formando il filo di carbonio che viene quindi estratto dalla camera termica e raccolto all'esterno.

I vantaggi derivanti dalla metodologia secondo l'invenzione risiedono nell'elevata purezza del filo di carbonio ottenibile, nel limitato consumo energetico derivante da un'unica fase termica a temperatura relativamente bassa, con emissioni estremamente ridotte e quindi con un impatto ambientale apprezzabilmente ridotto.

Breve descrizione dei disegni

L'invenzione verrà ora descritta dettagliatamente con riferimento ai disegni annessi, forniti a puro titolo di esempio non limitativo, nei quali:

- la figura 1 è una vista prospettica schematica di un'apparecchiatura per l'attuazione del procedimento di produzione di filo di carbonio secondo l'invenzione,

- la figura 2 è uno schema che esemplifica i componenti strutturali e funzionali dell'apparecchiatura della rivendicazione 1,

- la figura 3 è una vista in pianta dall'alto dell'iniettore dell'apparecchiatura,

- la figura 4 è una vista in sezione verticale secondo la linea IV-IV della figura 3,

- la figura 5 è una vista in sezione verticale della camera di miscelazione dell'apparecchiatura,

- la figura 6 è una vista in parziale sezione verticale della camera termica dell'apparecchiatura secondo l'invenzione,

- la figura 7 è una vista in elevazione laterale del diaframma disposto all'uscita della camera termica con la

relativa boccola di estrazione del filo di carbonio,

- la figura 8 è una vista in sezione verticale secondo la linea VIII-VIII della figura 7,

- la figura 9 è una vista in pianta dall'alto della piastra applicata al diaframma,

- la figura 10 è una vista in sezione trasversale secondo la linea X-X della figura 9,

- la figura 11 è una vista in pianta dall'alto del disco pulitore disposto all'uscita dell'apparecchiatura, e

- la figura 12 è una vista in sezione verticale secondo la linea XII-XII della figura 11.

Descrizione dettagliata dell'invenzione

L'esempio di attuazione schematizzato nella figura 1 dell'apparecchiatura per l'effettuazione del procedimento di produzione di filo di carbonio secondo l'invenzione comprende essenzialmente una struttura modulare 1 provvista inferiormente di piedi di regolazione e livellamento 2 e recante superiormente un'unità di iniezione, miscelazione e trattamento termico indicata nel suo insieme con 3, alla quale sono associate apparecchiature di attuazione e di controllo, meglio specificate nel seguito.

Lo schema della figura 2 esemplifica i componenti dell'unità 3: entro un contenitore 4 è disposta una camera di miscelazione 5 che comunica superiormente con un iniettore 6 ed inferiormente con una camera termica 7 provvista inferiormente di una diaframma di uscita 8.

L'iniettore 6, rappresentato in dettaglio nelle figure 3 e 4, consiste in un corpo 9 avente una flangia 10 per il fissaggio alla sommità della camera di miscelazione 5 ed una pluralità di canali per l'immissione dei componenti utilizzati nel procedimento. In particolare i canali sono in numero di cinque e sono disposti secondo una preordinata

angolazione rispetto all'asse del corpo 9 e con rispettivi angoli di incidenza dell'iniezione definiti al fine di ottimizzare la miscelazione, e conseguentemente la qualità del filo di carbonio ottenibile con il procedimento.

Un primo canale 11 è collegato a una bombola 12 (figura 2) contenente idrogeno, un secondo canale 13 è collegato ad una bombola 14 contenente anidride carbonica, un terzo canale 15 è collegato ad una bombola 16 contenente acetilene, un quarto canale 17 è collegato ad un serbatoio 18 contenente ferrocene, ed un quinto canale 19 è collegato ad una serbatoio 20 contenente etanolo.

L'iniettore 6 è dunque configurato per immettere entro la camera di miscelazione 5 una miscela di tre gas ($H_2 - CO_2 - C_2H_2$), alimentati a bassa pressione, e due liquidi ($Fe(C_5H_5)_2 - CH_3CH_2OH$) immessi ad alta pressione. La miscela nebulizzata viene quindi trasferita ad un condotto comune, ad una pressione controllata tramite un microprocessore, e quindi immessa entro la camera di miscelazione 5.

I tempi di ingresso, le pressioni e le percentuali volumetriche della miscela sono governati dal microprocessore, il quale è operativamente connesso ad una serie di sensori, in modo tale da ottimizzare e uniformare la miscela di volta in volta immessa nella camera 5, rappresentata in maggiore dettaglio nella figura 5. Essa consiste in un corpo anulare 21 formato con una cavità 22 sostanzialmente a botte, comunicante da una parte con una porzione generalmente conica 23 e dall'altra con una porzione generalmente conica 24 aventi angoli di conicità diversi, e rispettivamente minore e maggiore. Si è verificato sperimentalmente che questa configurazione consente di ottimizzare l'uniformità della miscela.

Dalla porzione 24 della camera di miscelazione 21 la

miscela viene quindi introdotta, tramite una valvola a spillo non illustrata, all'interno della camera termica 7 rappresentata nella figura 6: essa consiste in un corpo generalmente cilindrico 25 che incorpora uno scambiatore di calore 26 e la cui parete interna è rivestita da una camicia di materiale ceramico 27, con l'interposizione di una guarnizione di adattamento 28.

Una sorgente termica mantiene l'interno della camera 7 ad una temperatura generalmente compresa fra 1100 e 1300°C, ed una sorgente di vuoto 29 (figura 2) applica all'interno della camera 7 una depressione generalmente pari a 10^{-1} tor.

Il diaframma 8, rappresentato in dettaglio nelle figure 7 e 8, consiste in un corpo generalmente conico 30 provvisto superiormente di una flangia 31 per il suo fissaggio all'estremità inferiore della camera termica 7. La cavità del diaframma 8 è rivestita da una camicia ceramica 32 e converge verso una boccola 33 di acciaio temprato, che forma un passaggio convergente-divergente 34 alla cui parete è pure applicato un riporto di materiale ceramico o metallo duro 35.

All'estremità opposta, ovvero dalla parte della flangia 31, al diaframma 8 è applicata una piastra 36 formata con una flangia complementare 37 e corone di perforazioni concentriche 38, 39, 40 generalmente coniche, convergenti verso il diaframma 8.

Le figure 11 e 12 rappresentano un disco pulitore 41 disposto al di sotto della boccola 33 e formato con un passaggio centrale ristretto 42.

Nel funzionamento dell'apparecchiatura i cinque componenti destinati a costituire la miscela vengono alimentati all'iniettore 6 in modo dosato e controllato

secondo parametri volumetrici e tempi variabili a seconda di una produzione di nanotubi di carbonio (CNT) "single wall" oppure "multi wall", oppure misti.

La miscela prodotta entro la camera di miscelazione 5 passa quindi entro la camera termica 7, come detto mantenuta in depressione e riscaldata ad una temperatura compresa fra 1100 e 1300°C. Si produce così la disgregazione molecolare degli idrocarburi, con la formazione di nanotubi (CNT) di carbonio, "single wall" oppure "multi wall" in funzione dei parametri di processo utilizzati. Sotto l'effetto del catalizzatore, costituito dal ferrocene, i nanotubi di carbonio si intrecciano e, attraversando la piastra 36, formano il filo di carbonio all'interno del diaframma 8. Il filo di carbonio attraversa quindi la boccia 33 e, dopo essere stato ripulito da eventuali sovra-deposizioni locali dal disco pulitore 41, viene prelevato ad esempio tramite un avvolgitore motorizzato 43 (figura 2). Il filo viene infine immagazzinato tal quale oppure resinato a spruzzo per il successivo utilizzo.

Il procedimento e l'apparecchiatura secondo l'invenzione consentono di produrre filo di carbonio avente un elevato grado di purezza con costi produttivi relativamente bassi, grazie all'effettuazione di un unico passaggio termico, e con emissioni prossime allo zero che si traducono in un impatto ambientale estremamente ridotto.

Naturalmente i particolari di costruzione e le forme di realizzazione dell'apparecchiatura per l'attuazione del procedimento potranno essere ampiamente variati rispetto a quanto descritto ed illustrato, senza per questo uscire dall'ambito dell'invenzione così come definita nelle rivendicazioni che seguono.

RIVENDICAZIONI

1. Procedimento per la produzione di filo di carbonio a partire da nanotubi di carbonio, caratterizzato dal fatto che comprende le seguenti fasi:

- iniettare in modo controllato e dosato tre componenti gassosi, specificatamente idrogeno, anidride carbonica e acetilene, e due componenti liquidi, specificatamente etanolo e ferrocene, entro una camera di miscelazione (5),

- immettere la miscela così ottenuta entro una camera termica in depressione (7), riscaldandola ad una temperatura compresa fra 1100 e 1300°C per realizzare la disgregazione molecolare degli idrocarburi presenti nella miscela e la formazione dei nanotubi di carbonio che, intrecciati fra loro, formano il filo di carbonio,

- estrarre e raccogliere il filo di carbonio all'uscita (8) della camera termica (7).

2. Procedimento secondo la rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che detti componenti gassosi e liquidi vengono iniettati in detta camera di miscelazione (5) tramite un iniettore multiplo (6).

3. Procedimento secondo la rivendicazione 1 o la rivendicazione 2, caratterizzato dal fatto che detti componenti gassosi vengono iniettati a bassa pressione e detti componenti liquidi vengono iniettati ad alta pressione.

4. Procedimento secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che la depressione in detta camera termica (7) è dell'ordine di 10^{-1} tor.

5. Apparecchiatura per la produzione di fili di carbonio a partire da nanotubi di carbonio, caratterizzata

dal fatto che comprende:

- una camera di miscelazione (5) alla quale operativamente associato un iniettore multiplo (6),

- mezzi per alimentare tre componenti gassosi, specificatamente idrogeno, anidride carbonica e acetilene, e due componenti liquidi, specificatamente etanolo e ferrocene, a detto iniettore (6),

- una camera termica (7) collegata a detta camera di miscelazione (5),

- mezzi per riscaldare detta camera termica (7) ad una temperatura compresa fra 1100 e 1300°C e per mantenerla in depressione, in modo da provocare la disgregazione molecolare degli idrocarburi della miscela e la formazione di nanotubi di carbonio,

- mezzi a diaframma (8) connessi a detta camera termica (7) per la formazione e l'estrazione del filo di carbonio.

CLAIMS

1. Method for producing carbon filament starting from carbon nanotubes, characterized in that it comprises the following steps:

-injecting in a controlled and metered fashion three gaseous components, namely hydrogen, carbon dioxide and acetylene, and two liquid components, namely ethanol and ferrocene, within a mixing chamber (5),

-supplying the mixture thus obtained into a thermal vacuum chamber (7), heating it to a temperature comprised between 1100°C and 1300°C so as to perform molecular disaggregation of the hydrocarbons present in the mixture and the formation of the carbon nanotubes which, twisted with one another, form the carbon filament,

-extracting and collecting the carbon filament at the outlet of the thermal chamber (7).

2. Method according to claim 1, characterized in that said gaseous and liquid components are injected into said mixing chamber (5) by means of a multiple injector (6).

3. Method according to claim 1 or claim 2, characterized in that said gaseous components are injected under low pressure and said liquid components are injected under high pressure.

4. Method according to any one of the preceding claims, characterized in that vacuum within said thermal chamber is in the range of 10^{-1} tor.

5. Apparatus for producing carbon filament starting from carbon nanotubes, characterized in that it comprises:

- a mixing chamber (5) to which a multiple injector (6) is operatively associated,

-means for supplying three gaseous components, namely hydrogen, carbon dioxide and acetylene, and two liquid components, namely ethanol and ferrocene, to said injector (6),

-a thermal chamber (7) connected to said mixing chamber (5),

-means for heating said thermal chamber (7) to a temperature comprised between 1100°C and 1300°C and to keep it under vacuum, so as perform molecular disaggregation of the hydrocarbons in the mixture and the formation of the carbon nanotubes,

-diaphragm means (8) connected to said thermal chamber (7) for the formation and the extraction of the carbon filament.

FIG. 1

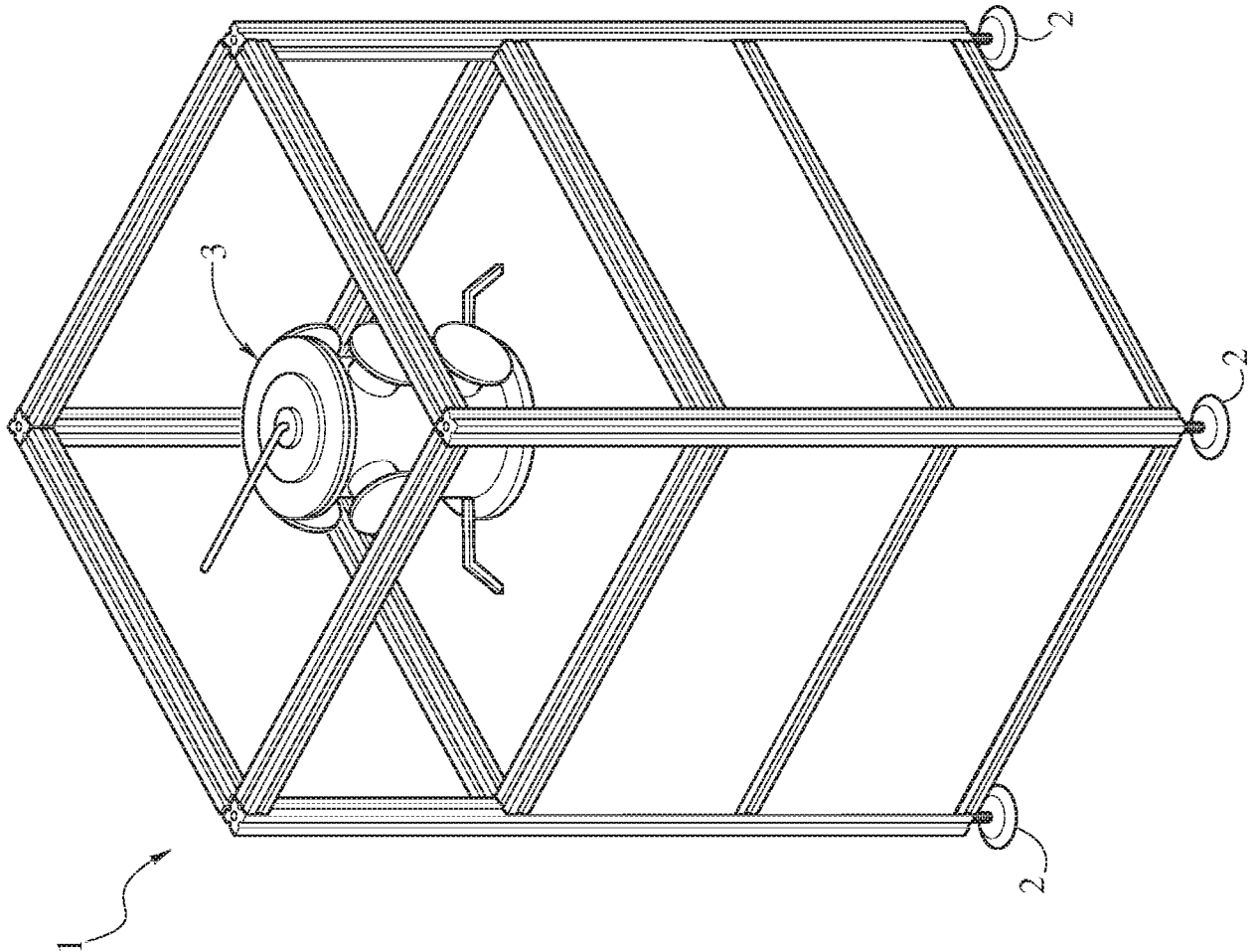


FIG. 2

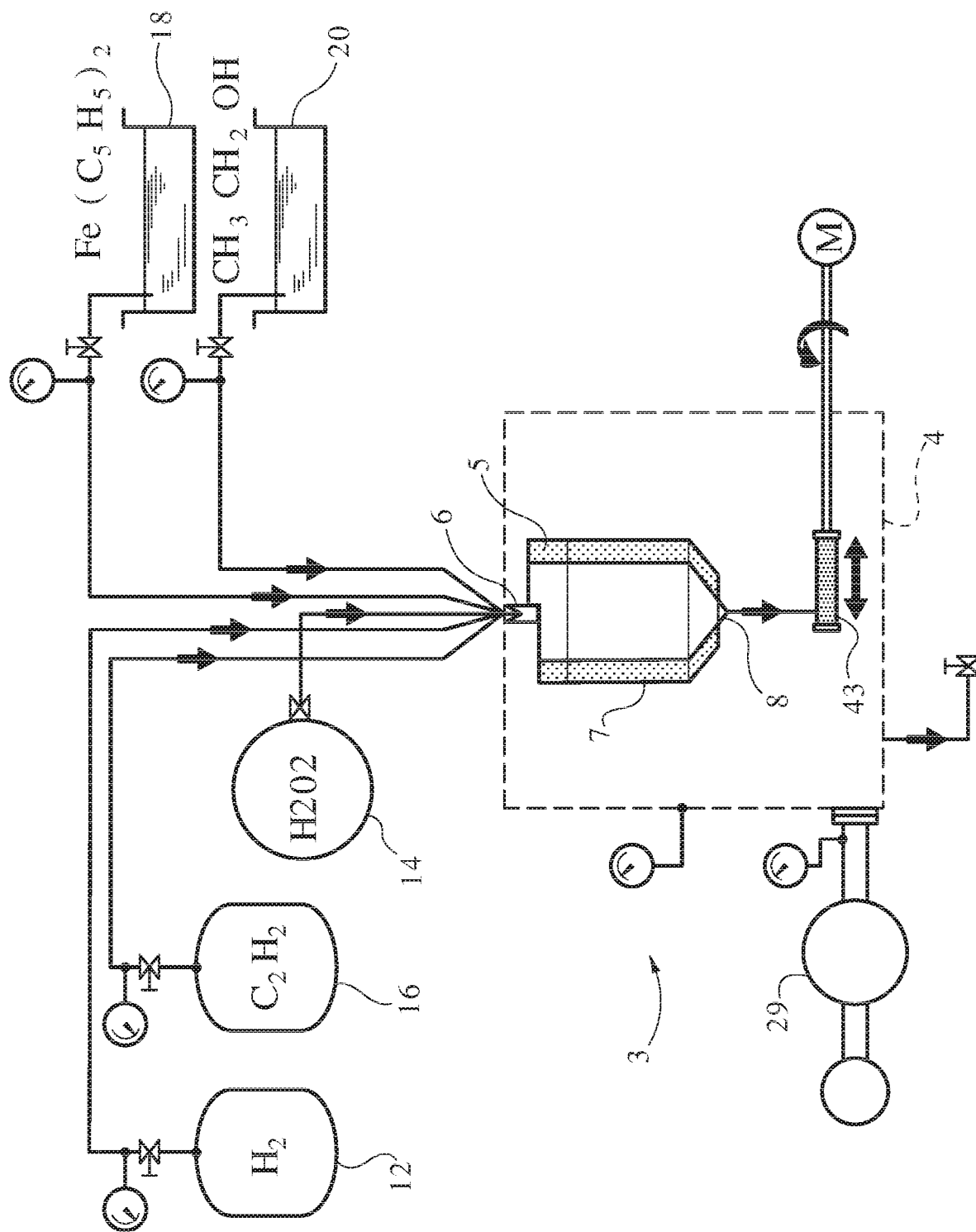


FIG. 4

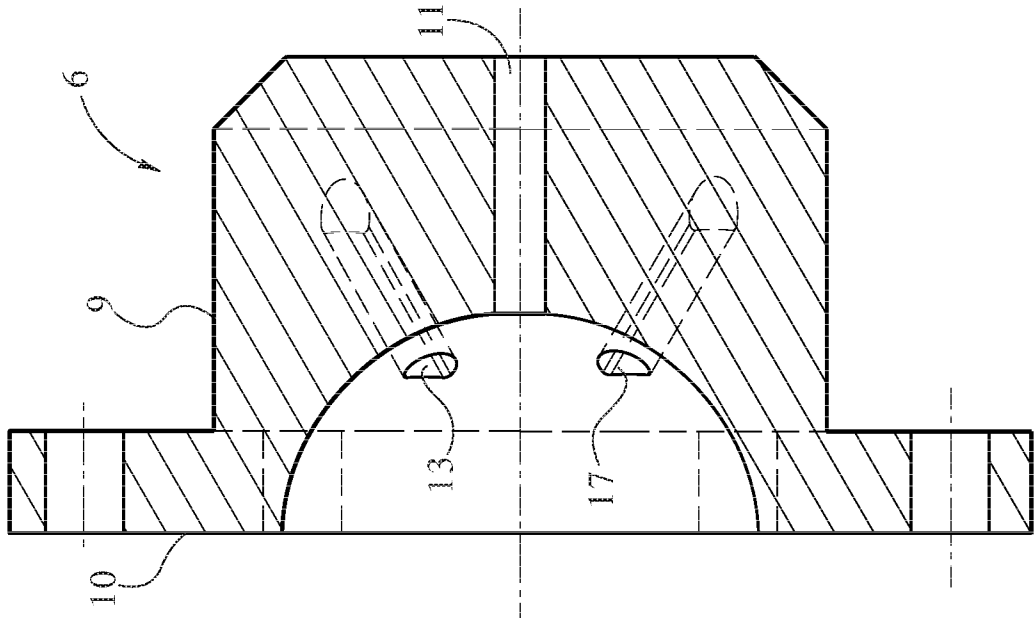


FIG. 3

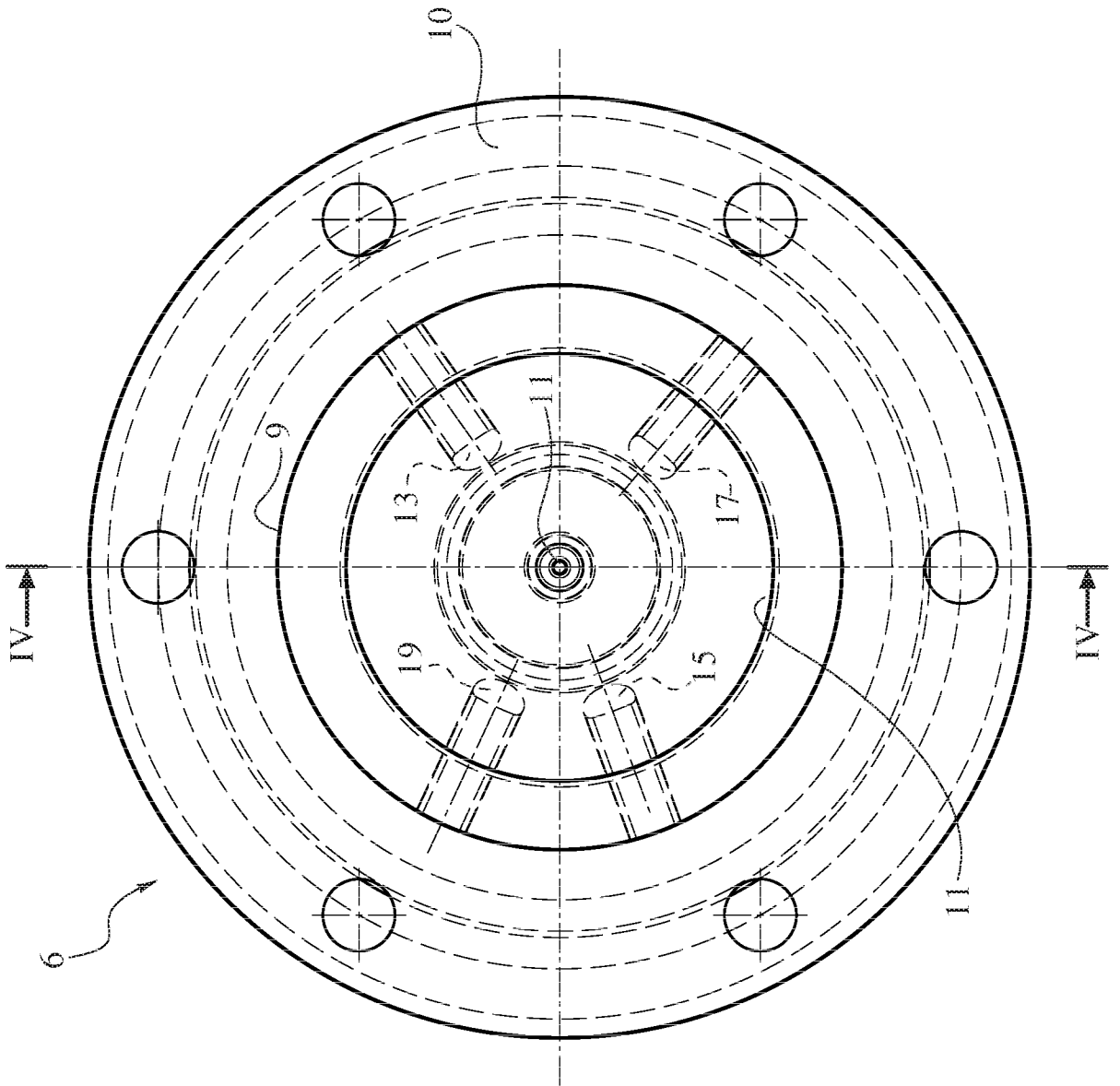


FIG. 5

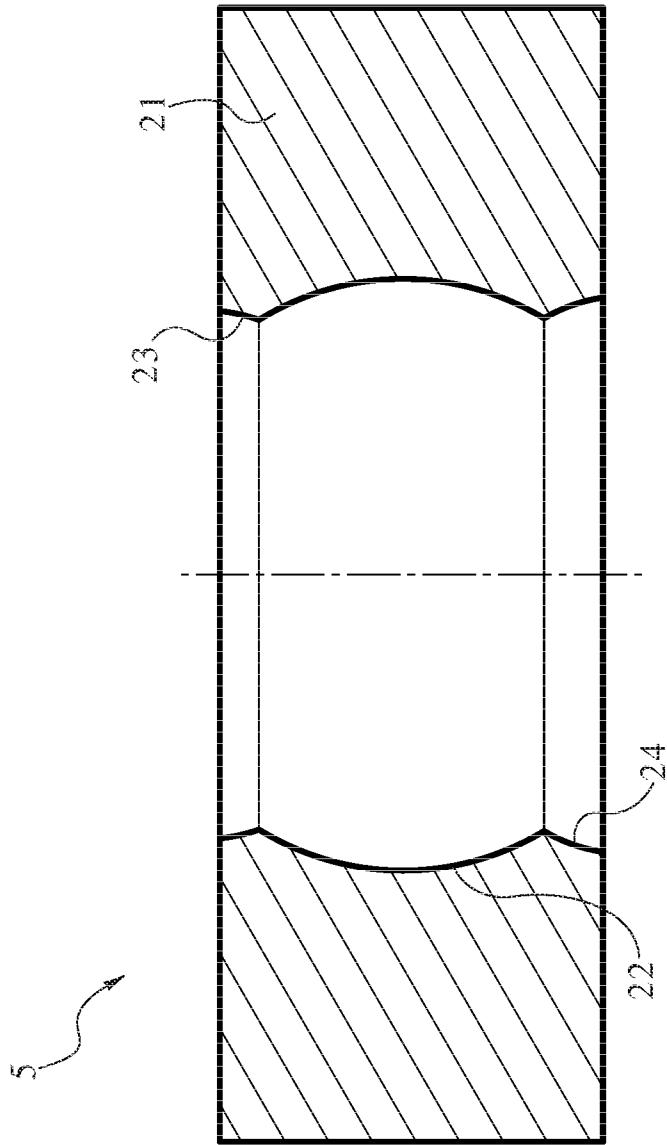


FIG. 6

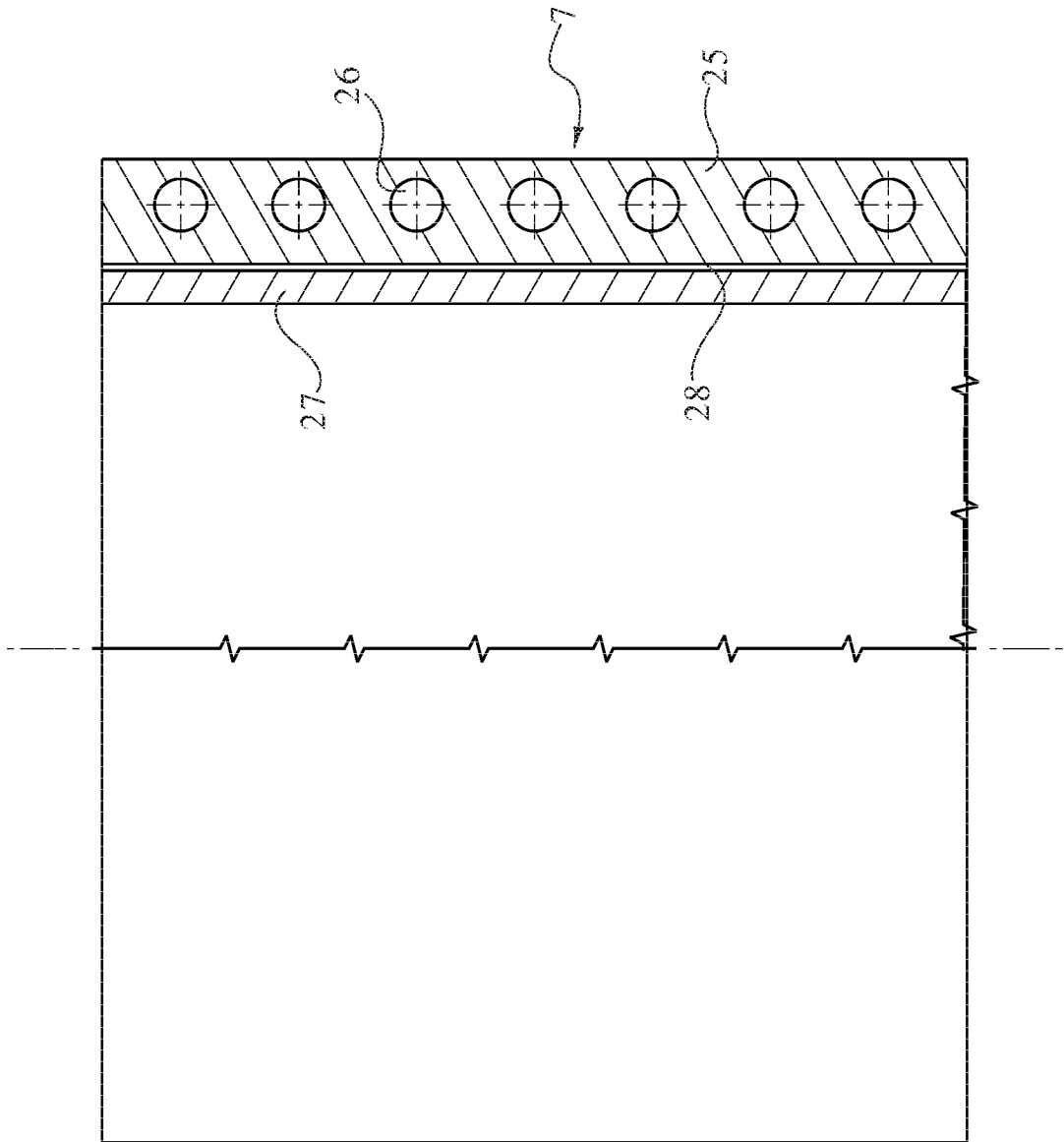


FIG. 7

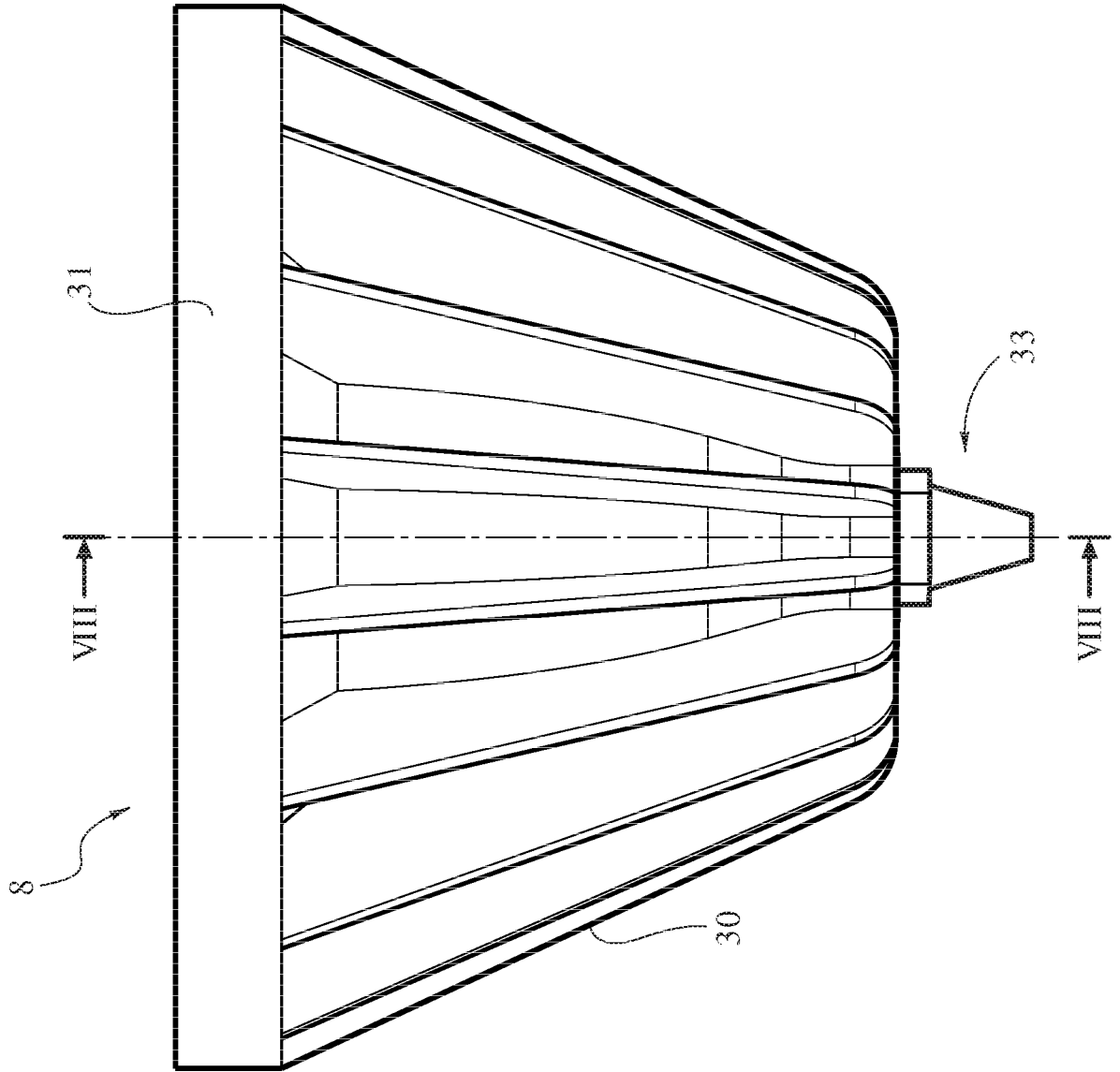


FIG. 8

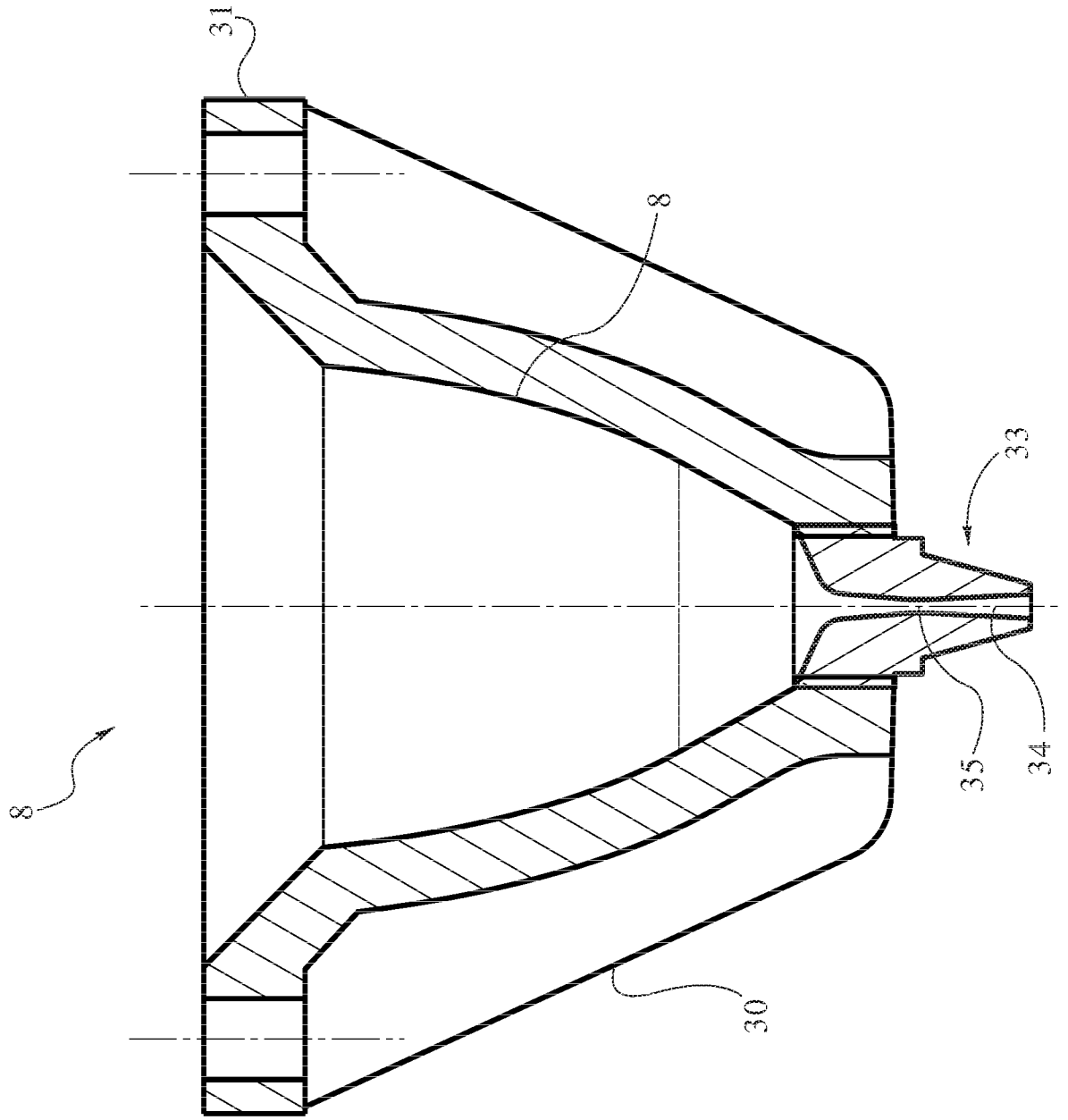


FIG. 10

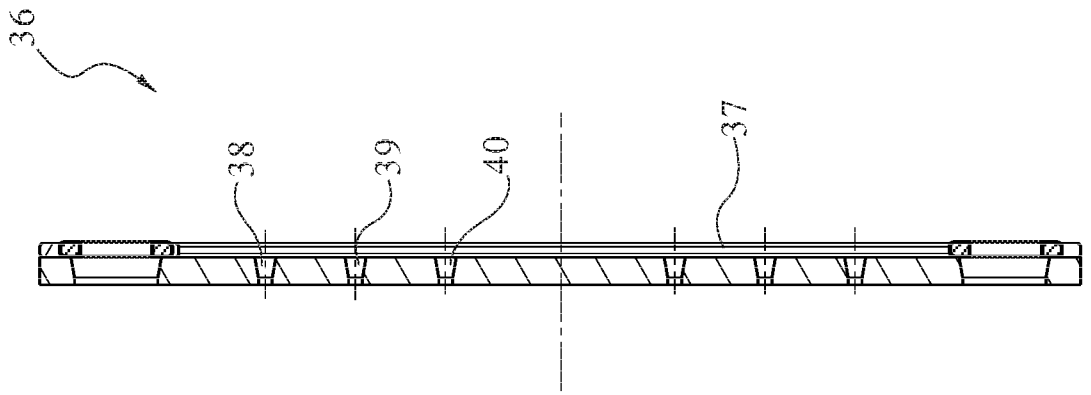


FIG. 9

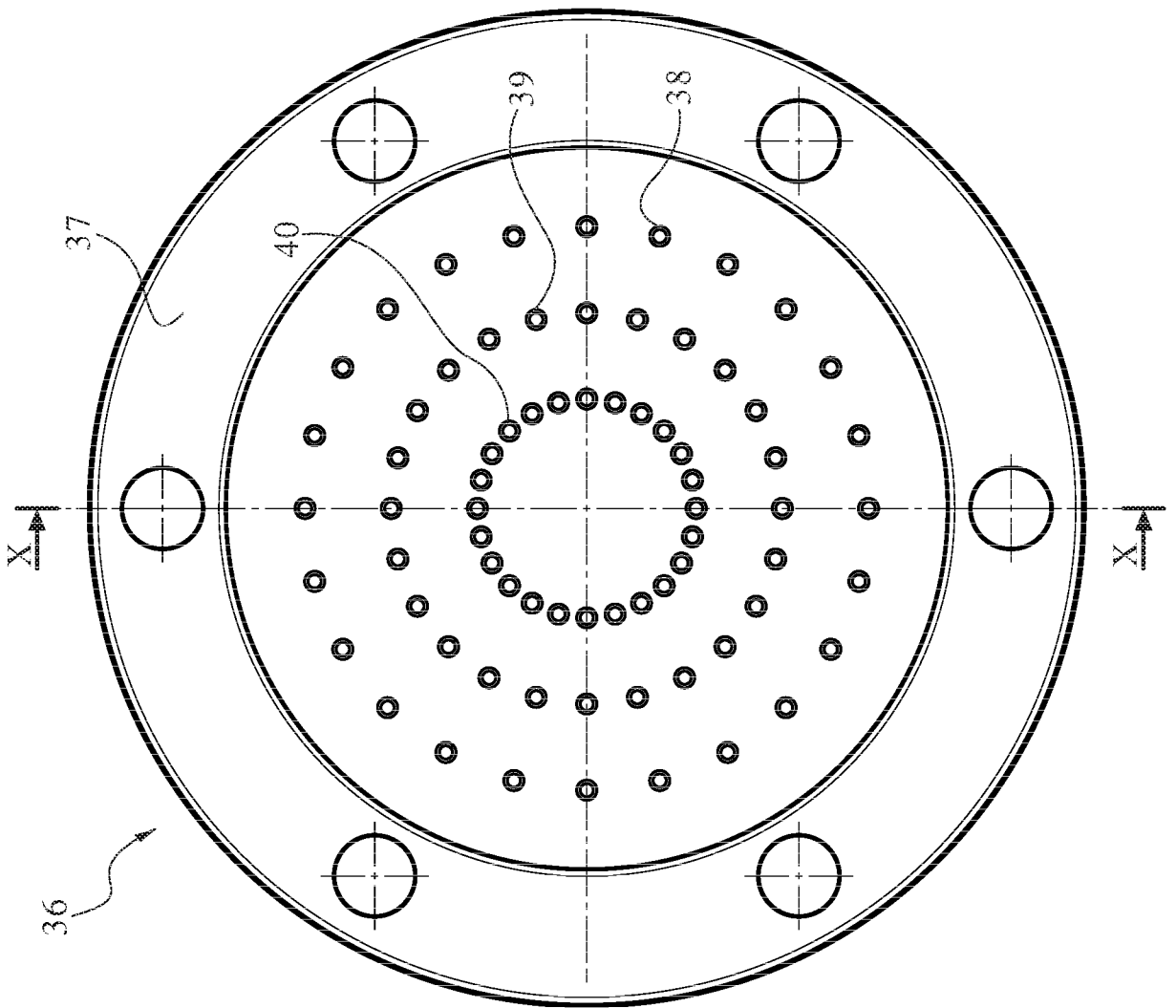


FIG. 12

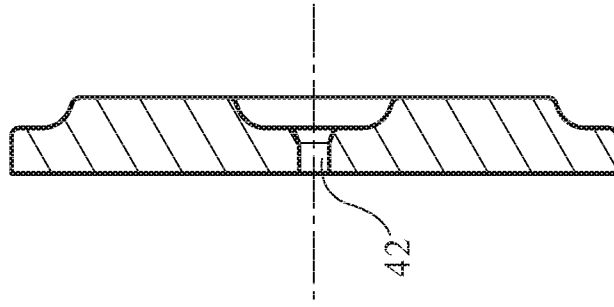


FIG. 11

