



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 319 267**

51 Int. Cl.:

B29C 44/00 (2006.01)

C01B 31/04 (2006.01)

C04B 35/52 (2006.01)

C04B 38/00 (2006.01)

C04B 35/536 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **02765936 .6**

96 Fecha de presentación : **05.08.2002**

97 Número de publicación de la solicitud: **1425147**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **09.06.2004**

54

Título: **Procedimiento para fabricar grafito poroso y artículos producidos a partir de éste.**

30

Prioridad: **09.08.2001 US 925766**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
06.05.2009

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
06.05.2009

73

Titular/es: **Poco Graphite, Inc.**
300 Old Greenwood Road
Decatur, Texas 76234, US

72

Inventor/es: **Hardcastle, Leland, A.;**
Sheppard, Rex, G. y
Dingus, David, F.

74

Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 319 267 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

Procedimiento para fabricar grafito poroso y artículos producidos a partir de éste.

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere, en general, a un proceso para la fabricación de sólidos porosos y de sólidos producidos a partir de éstos. De forma más específica, se refiere a procesos para la fabricación de artefactos de grafito poroso sólido de conductividad térmica muy alta y a mejoras en el proceso de fabricación para mejorar las propiedades de los artefactos formados de esta manera.

Antecedentes de la técnica

Esta invención trata del carbono en sus diversas formas y, en particular, a artefactos formados con grafito poroso sólido. Las fibras de carbono se han utilizado de forma comercial en la industria durante muchos años. Se sabe que las fibras de carbono muestran extraordinarias propiedades mecánicas debido a la exclusiva morfología grafitica de los filamentos extrusionados. Se han creado materiales compuestos estructurales avanzados que aprovechan estas propiedades de manera ventajosa, mediante la creación de una red desconectada de filamentos grafiticos que se mantienen juntos mediante una matriz apropiada.

Además, muchas de las aplicaciones actuales de las fibras de carbón han evolucionado desde aplicaciones de refuerzo estructural hasta aplicaciones térmicas o de disipadores de calor. Por ejemplo, se han utilizado disipadores de calor en la industria aeroespacial para absorber energía en aplicaciones tales como misiles y aviones, en las que se produce una rápida generación de calor. También se prevé una serie de aplicaciones de absorción del calor para la industria de la automoción.

Éstas y otras aplicaciones han estimulado la investigación de nuevos refuerzos y procedimientos de procesamiento de materiales compuestos para materiales de carbono. Los materiales aceptables deben mostrar una alta conductividad térmica, un bajo peso y un bajo coeficiente de expansión térmica, entre otras propiedades necesarias.

POCO Graphite, Inc., de Decatur, Texas, cesionario de la presente invención, ha producido previamente una línea de materiales de grafito especializados que se emplean habitualmente en una amplia gama de aplicaciones muy técnicas e industriales. Se han producido las siguientes calidades de grafitos porosos:

Calidad:	ZXF-SQ	ACF-10Q	AXF-5Q	AXM-5Q	AXZ-5Q	TM	XT	FC
Densidad aparente típica (g/cc):	1,78	1,77	1,78	1,73	1,66	1,82	1,71	1,43
Conductividad térmica (W/mK):	70	60	95	88	70	105	110	68

Estos grafitos isotrópicos de grano fino y alta resistencia se fabrican a máquina con facilidad mediante procedimientos de fabricación a máquina convencionales. Su alta resistencia y pequeño tamaño de partícula permiten la fabricación de componentes complejos que contienen tolerancias estrechas. La naturaleza isotrópica de los materiales proporciona unas propiedades eléctricas y térmicas uniformes.

A pesar de estas ventajas, las conductividades térmicas en masa de estos grafitos sólidos porosos han sido, en general, menores que aproximadamente 100 W/mK, con unas densidades aparentes de 1,9 g/cc y menores. Se han realizado esfuerzos para producir materiales de grafito poroso que muestren conductividades térmicas incluso mayores para cumplir con las expectativas comerciales actuales y futuras.

Se han intentado mejorar las propiedades de los materiales de grafito sólido mediante la producción de materiales “de espuma” de carbono con una base de alquitrán. Las densidades aparentes de estos materiales son menores que las densidades aparentes de los grafitos especializados listados anteriormente. En su mayoría, los procesos de formación de espumas previamente descritos en la técnica anterior también producen espumas que muestran bajas conductividades térmicas, en general menores que aproximadamente 58 W/mK.

Un intento de producir una “espuma” de carbono mejorada se describe en la patente de EEUU ya otorgada nº 6.033.506, otorgada el 7 de marzo, 2000, de Klett, y en la patente de EEUU otorgada nº 6.037.032, otorgada el 14 de marzo, 2000, de Klett *et al.* Los procesos descritos en las patentes de Klett incluyen etapas que consumen menos tiempo que las técnicas conocidas previamente para producir espumas de grafito, y ofrecen el potencial de disminuir los costes de producción y de fabricación. Quizás, de forma más importante, los procesos de Klett afirman producir espumas de carbono con unas conductividades térmicas mayores que, en general, 58 W/mK.

Aunque el proceso de Klett consistía en una mejora en los procesos de formación de espumas de carbono con un base de alquitrán, el proceso de Klett utiliza una presión estática durante la formación del artefacto verde (lingote). De forma habitual, esta presión estática seleccionada era de aproximadamente 6,89 MPa por encima de la presión atmosférica (1000 psig). Las espumas de grafito formadas de esta manera han mostrado unos gradientes de densidad significativos que varían, en general, de aproximadamente 0,25 g/cc en la parte superior de un lingote de producción hasta aproximadamente 0,60 g/cc en la parte inferior del lingote, y han mostrado huecos y grietas. Además, las conductividades térmicas afirmadas no se han logrado en algunos casos. El documento WO 02/094533 con una fecha de prioridad del 22 de mayo de 2001, publicado el 28 de noviembre de 2002, describe artefactos de grafito poroso sólidos con una conductividad térmica > 150 W/mK y una densidad de 0,56 a 0,62 g/cc.

Las mejoras realizadas por los solicitantes al proceso de Klett original, descritas en la solicitud en tramitación junto con la presente, n° de serie 09/862.560, presentada el 22 de mayo de 2001, titulada "Proceso para fabricar una espuma de carbono inducido por la despresurización del proceso", utilizan un procedimiento "instantáneo" para inducir la ebullición del precursor de alquitrán y producir "espumas" de grafito poroso que tienen unas densidades aparentes que varían entre 0,40-0,65 g/cc y unas conductividades térmicas mayores que 58 W/mK sin mostrar huecos ni grietas, como en el proceso inicial de Klett.

Sigue habiendo necesidad de artefactos de grafito que tengan unas conductividades térmicas aún mayores, por ejemplo mayores que 70 W/mK. Por tanto, existe la necesidad de un grafito poroso sólido de conductividad térmica muy alta con una densidad aparente que sea mayor que la de las espumas de grafito previamente descritas y con unas características de conductividad térmica mayores que 70 W/mK.

Existe la necesidad de un procedimiento mejorado para producir artefactos que tengan estas características, estando estos artefactos sustancialmente exentos de gradientes de densidad, huecos y grietas.

Descripción de la invención

Un objeto de la presente invención es proporcionar un grafito poroso sólido de conductividad térmica muy alta que tenga un perfil de gradiente de densidad más uniforme con menos tendencia a agrietarse como producto terminado, comparado con la técnica anterior.

Otro objeto de la invención es proporcionar este grafito poroso sólido con una densidad aparente mayor que aproximadamente 0,678 g/cc.

Otro objeto de la invención es proporcionar este grafito poroso sólido que tenga una conductividad térmica mayor que 70 W/mK.

En un proceso especialmente preferido de la invención para producir un grafito poroso, se introduce el alquitrán en un molde, teniendo el alquitrán un punto de ebullición característico a una presión dada y para una temperatura dada. Entonces el aire se purga del molde. Después el alquitrán se presuriza entre un presión de procesamiento inicial preseleccionada y una presión de procesamiento final relativamente menor. La presión inicial preseleccionada actúa para aumentar el punto de ebullición del alquitrán por encima del punto de ebullición a la presión de procesamiento final. El alquitrán se calienta cuando está a la presión de procesamiento inicial hasta una temperatura por debajo del punto de solidificación pero por encima del punto de ebullición que aparece de forma típica a la presión de procesamiento final. Entonces el alquitrán se despresuriza desde la presión de procesamiento inicial hasta la presión de procesamiento final mientras se mantiene la temperatura del proceso por encima de la temperatura de ebullición típica a la presión final para producir, con ello, un artefacto poroso. El artefacto poroso se calienta hasta una temperatura que solidifique y coquifique el artefacto poroso para formar un carbono poroso sólido. El artefacto de carbono poroso sólido entonces puede enfriarse hasta la temperatura ambiente con la liberación simultánea de la presión. El artefacto de carbono poroso entonces se somete a otros tratamientos térmicos para producir un artefacto de grafito poroso que tenga una conductividad térmica mayor que 70 W/mK y una densidad mayor que la espuma de grafito.

Los artefactos de grafito poroso sólido preferidos producidos de esta manera tienen una conductividad térmica mayor que 150 W/mK y una densidad mayor que 0,678 g/cc. Se han producido artefactos con conductividades térmicas mayores que 150 W/mK con unas densidades en el intervalo de 0,678 g/cc a 1,5 g/cc.

Otros objetos, características y ventajas serán evidentes en la descripción escrita que aparece a continuación.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una gráfica de la conductividad térmica en W/mK frente a la densidad aparente en g/cc de varios materiales de grafito poroso de la técnica anterior comparados con el grafito poroso sólido de conductividad térmica muy alta de la invención.

Mejor modo de realizar la invención

En el análisis que aparece a continuación es importante distinguir entre "espumas" de grafito y "materiales de grafito poroso sólido". Una "espuma" se define en la presente como un material que tenga una densidad relativa (RD)

igual o menor que 0,3, es decir, que es al menos 70% poroso. Utilizando esta definición, los artefactos producidos según el procedimiento de la presente invención tienen unas densidades aparentes mayores que aproximadamente 0,678 g/cc, unas densidades relativas mayores que 0,3 y, por tanto, constituyen unos “sólidos porosos” en lugar de espumas.

A una densidad relativa (RD) mayor que aproximadamente 0,3 se produce una transición desde una estructura celular (espuma) a otra que se considera mejor como un sólido que contiene poros aislados (sólido poroso). La RD puede definirse como:

$RD = p^o/ps$, en el que p^o = densidad del material celular, ps = densidad del material que forma las paredes sólidas de las células (densidad teórica)

Véase: “Cellular Solids, Structure and Properties”, 2ª edición, página 2, Lorna J. Gibson, Dept. of Materials Science and Engineering, MIT, Cambridge, MA 021139, EEUU, Michael F. Ashby, Dept. of Engineering, Cambridge University, Cambridge, Reino Unido, Cambridge University Press, 40 W. 20th Street, Nueva York, Nueva York, 1988.

Por ejemplo, una espuma de grafito con una densidad aparente de 0,50 g/cc tendría una $RD = 0,50/2,26 = 0,22$ (en la que 0,5 g/cc es la densidad del material celular y 2,26 g/cc es la densidad del grafito en las paredes celulares).

Una muestra con una densidad aparente de 0,678 g/cc tendría una $Rod = 0,678/2,26 = 0,3$, por tanto cualquier material producido que tenga una densidad aparente mayor que 0,678 g/cc será un “sólido” que contiene poros aislados según la anterior definición. En el análisis de la invención que aparece a continuación se hará referencia a espumas y a sólidos, y debe entenderse que la presente invención se dirige a sólidos porosos.

Un problema con los productos “en espuma” producidos previamente es la presencia de variaciones de densidad desde la parte superior a la parte inferior del lingote de producción. Se descubrió que las variaciones de densidad en los productos finales se producían entre las etapas de formación de espuma y de solidificación de los procesos de la técnica anterior cuando el alquitrán en espuma aún está en estado líquido. El alquitrán líquido tiende a migrar debido a la gravedad haciendo que, con ello, la parte inferior del lingote de producción sea más denso que la parte superior del lingote.

La solicitud previa de los solicitantes, nº de serie 09/862.560, trata del descubrimiento de que calentando el alquitrán por debajo de una presión aumentada por encima de 6,89 MPa por encima de la presión atmosférica (1000 psig), la temperatura del proceso puede exceder el punto de formación de espuma normal del alquitrán sin que el alquitrán realmente forme una espuma, es decir, se aumenta el punto de formación de espuma térmico. Si se mantiene el alquitrán a esta temperatura seleccionada se permite el crecimiento de dominios de mesofase dentro del alquitrán, aumentando, con ello, la viscosidad del alquitrán. Unas viscosidades mayores en este punto del proceso reducen los problemas de migración previamente descritos.

La presente invención se refiere al descubrimiento de que la densidad aparente de los artefactos del tipo anterior puede manipularse para producir grafitos “sólidos” realizando el procesamiento a presiones finales mayores que 6,89 MPa (1000 psi) y manipulando la “presión de ebullición” final. Como resultado de unas presiones de procesamiento mayores y variables, las densidades aparentes de los productos finales aumentan hasta más de 0,678 g/cc, con unas conductividades térmicas mayores que 150 W/mK.

La figura 1 muestra una gráfica de la conductividad térmica en W/mK frente a la densidad aparente en g/cc de varios grafitos especializados POCO comparados con el grafito poroso sólido de conductividad térmica muy alta (HTCPG) de la invención. La conductividad térmica de la muestra HTCPG en la figura 1 es mayor que 250 W/mK.

En el procedimiento de la invención se produce un grafito poroso sólido colocando en primer lugar un polvo, gránulos o granza de alquitrán en un molde o un recipiente con la forma final deseada del artefacto que se va a producir. El alquitrán puede seleccionarse de alquitranes de mesofase, alquitranes isotrópicos y sus mezclas. Los alquitranes de mesofase incluyen, por ejemplo, alquitranes sintéticos, alquitranes con una base de carbón y alquitranes con una base de petróleo. Si se desea, estos materiales de alquitrán pueden estar solvatados. Los alquitranes pueden introducirse en forma granulada, en polvo o granza. Un ejemplo de un material precursor es el alquitrán de mesofase Mitsubishi ARA-24. Puede aplicarse un agente de liberación del molde o una película apropiados a las paredes del molde para permitir la retirada de la parte. Preferiblemente se utiliza un revestimiento adecuado, como un revestimiento de lámina de aluminio. Si el molde está fabricado de aluminio puro no es necesario, de forma típica, un agente de liberación del molde puesto que el alquitrán fundido no humedece el aluminio y, por tanto, no se pega al molde.

El alquitrán puede ser desecado para ayudar a retirar cualquier humedad residual. Después de la desecación el alquitrán se procesa en un entorno sustancialmente exento de oxígeno para evitar la oxidación de los materiales de alquitrán durante el calentamiento. Preferiblemente, el alquitrán se coloca en un horno “HIP” que se evacua hasta menos de dos torr. El recipiente del HIP está presurizado hasta una presión inicial alta, por ejemplo, 55,16 MPa por encima de la presión atmosférica (8000 psig), lo cual aumenta el punto de ebullición por encima del punto de ebullición a la presión de procesamiento final. El alquitrán entonces se calienta hasta una temperatura de aproximadamente 50°C a 100°C por encima del punto de ablandamiento. Por ejemplo, cuando se utiliza el alquitrán de mesofase Mitsubishi

ES 2 319 267 T3

ARA-24, una temperatura de 300°C es suficiente. Después de mantener el alquitrán a 300°C durante una hora, el alquitrán se calienta desde 300°C hasta 450°C y se mantiene a 450°C durante una cantidad de tiempo predeterminada para aumentar la viscosidad del alquitrán líquido.

- 5 El recipiente entonces se despresuriza desde la presión de procesamiento inicial de 55,16 MPa por encima de la presión atmosférica (8000 psig) hasta la presión de procesamiento final, por ejemplo 13,79 MPa por encima de la presión atmosférica (2000 psig), mientras se mantiene la temperatura de la presión de procesamiento inicial. Esta despresurización hace que el alquitrán líquido ebulle y que genere porosidad.
- 10 Como se explicará con más detalle en los ejemplos que aparecen a continuación, el líquido en ebullición entonces se calienta hasta una temperatura, por ejemplo, de 500°C que solidifica el artefacto en una o más etapas. La temperatura del sistema entonces puede aumentarse desde 500°C hasta 600°C, o hasta una temperatura suficiente para que el alquitrán coquifique (aproximadamente 500-600°C). Esto se realiza a una velocidad no mayor que aproximadamente 5°C/min y preferiblemente a aproximadamente 1°C/min. La temperatura final se mantiene a 600°C durante aproximadamente 2 horas y después se apaga la energía del horno y se enfría hasta la temperatura ambiente. Durante el ciclo de enfriamiento, la presión se libera de manera gradual hasta condiciones atmosféricas. Cualquier presión remanente se libera a una velocidad de aproximadamente 207 kPa (30 psi) por minuto. El artefacto entonces se separa del molde.
- 15
- 20 El artefacto puede tratarse con calor después hasta unas temperaturas mayores que 2000°C para la conversión a una estructura grafitica, dependiendo del precursor de alquitrán. En general, un alquitrán de mesofase se grafitiza de una manera significativamente más fácil que los alquitranes isotrópicos (derivados del carbón o derivados del petróleo). Cuando más grafitico sea el material, mayor será la conductividad térmica de la espuma grafitica resultante.
- 25 Las etapas específicas que se siguen en el proceso de la invención se resumen a continuación:
1. Se llena un molde con la forma en granza o en polvo del alquitrán de mesofase.
 - 30 2. Entonces el alquitrán se deseca para ayudar a retirar cualquier humedad residual.
 3. El alquitrán se coloca en una prensa isostática caliente (HIP).
 4. La prensa se purga del aire.
 - 35 5. El alquitrán se presuriza hasta una presión de procesamiento inicial alta, que aumenta el punto de ebullición por encima del punto de ebullición a la presión de procesamiento final.
 6. El alquitrán se calienta hasta una temperatura por debajo del punto de solidificación pero por encima del punto de ebullición y líquido que aparece de forma típica si se procesa a la presión de procesamiento final.
 - 40 7. El alquitrán se despresuriza desde la presión de procesamiento inicial hasta la presión de procesamiento final mientras se mantiene una temperatura que es mayor que el punto de ebullición del alquitrán a la presión de procesamiento final, produciendo, con ello, un artefacto poroso.
 - 45 8. El artefacto se calienta hasta una temperatura que solidifica y coquifica el artefacto poroso.
 9. El artefacto se enfría hasta la temperatura ambiente mientras que se permite una despresurización natural durante el enfriamiento.
 - 50 10. El artefacto se despresuriza de cualquier presión remanente hasta la presión atmosférica.
 11. El artefacto se retira del HIP y del molde.
 - 55 12. El artefacto entonces se trata con calor hasta una temperatura suficiente para que el artefacto se carbonice completamente.
 13. El artefacto entonces se trata con calor hasta una temperatura suficiente para que el artefacto se grafitice.
 - 60
- El proceso de la invención calienta el alquitrán bajo una “presión aumentada” que, en efecto, aumenta el punto de ebullición térmico. Es decir, las temperaturas del proceso pueden ser mayores que el punto de ebullición “normal” del alquitrán sin que el alquitrán realmente ebulle.
- 65 En el primer ejemplo que aparece a continuación, el HIP se presurizó hasta 55,16 MPa (8000 psi) como “presión de procesamiento inicial”. Se entenderá que esta presión mayor es un número arbitrario que puede estar en cualquier punto en el intervalo desde aproximadamente 27,58 a 206,84 MP por encima de la presión atmosférica (de 4000 a 30.000 psi). En otras palabras, suponiendo que si se dobla la presión se aumenta, en general, el punto de ebullición en

ES 2 319 267 T3

aproximadamente 10°C, se puede estimar más o menos que la temperatura de ebullición del alquitrán se verá afectada como sigue:

(1000 psi) 6,89 MPa 425°C

(2000 psi) 13,79 MPa 435°C

(4000 psi) 27,58 MPa 445°C

(8000 psi) 55,16 MPa 455°C

Basándose en este análisis teórico, se seleccionó 55,16 MPa (8000 psi) como una “presión de procesamiento inicial” aceptable para lograr el efecto de ebullición inducido por la presurización deseado.

La presión de procesamiento final también es un número arbitrario que está, en general, en el intervalo entre aproximadamente 6,89 y 206,84 MPa por encima de la presión atmosférica (1000 y 30.000 psig). Como será evidente a partir de los ejemplos que aparecen a continuación, la presión de procesamiento final afecta a la conductividad térmica y densidad aparente finales del artefacto terminado. Si se emplean unas presiones de procesamiento finales que sean mayores que aproximadamente 6,89 por encima de la presión atmosférica (1000 psig), las densidades aparentes aumentarán por encima de 0,70 g/cc y las conductividades térmicas serán mayores que 250 W/mK.

Los siguientes ejemplos pretenden ser ilustrativos de las etapas del proceso de la invención, sin ser limitantes.

Ejemplo I

1. El molde se rellena con una cantidad predeterminada de alquitrán para producir una altura apropiada de la espuma.

2. El molde se coloca en el HIP.

3. El recipiente del HIP se evacúa hasta <2 Torr manteniéndose el vacío durante 15 minutos.

4. El recipiente se presuriza hasta 55,16 MPa por encima de la presión atmosférica (8000 psig) con nitrógeno gaseoso.

5. El alquitrán se calienta desde la temperatura ambiente hasta 300°C a una velocidad de 3,5°C por minuto.

6. El alquitrán se mantiene a 300°C durante 1 hora.

7. El alquitrán se calienta desde 300°C hasta 450°C a una velocidad de 2,0°C por minuto.

8. El alquitrán se mantiene a 450°C durante 1 hora (esto aumenta la viscosidad del alquitrán líquido).

9. El recipiente se despresuriza desde 55,16 a 13,79 MPa por encima de la presión atmosférica (de 8000 a 2000 psig) a una velocidad de 1,21 MPa (175 psi) por minuto, mientras se mantiene una temperatura de 450°C (en esta etapa el alquitrán líquido comienza a ebullición y a generar porosidad).

10. El artefacto se calienta desde 450°C hasta 475°C a una velocidad de 2,0°C por minuto.

11. El artefacto se mantiene a 475°C durante 1 hora (en este punto es cuando el artefacto comienza a endurecerse).

12. El artefacto se calienta desde 475°C hasta 500°C a una velocidad de 0,5°C por minuto.

13. El artefacto se mantiene a 500°C durante 30 minutos (en este punto el artefacto solidifica completamente).

14. El artefacto se calienta desde 500°C hasta 600°C a una velocidad de 1,0°C por minuto (esta es la etapa en que el artefacto empieza a coagular).

15. El artefacto se mantiene a 600°C durante 2 horas.

16. El artefacto se enfría desde 600°C hasta la temperatura ambiente a una velocidad de 2,0°C por minuto.

17. El recipiente se despresuriza de forma natural durante el enfriamiento desde 600°C hasta la temperatura ambiente.

18. El resto de la presión del recipiente se libera a una velocidad de aproximadamente 207 KPa (30 psi) por minuto.

19. El artefacto se retira del HIP y del molde.

ES 2 319 267 T3

20. El artefacto entonces se trata con calor hasta aproximadamente 1000°C para la carbonización.

21. El artefacto entonces se trata con calor hasta aproximadamente 2800°C para la grafitización.

5 Resultados: la conductividad térmica varía de 131-207 W/mK. La densidad aparente varía de 0,70-0,74 g/cc.

Ejemplo II

Es igual que el ejemplo I excepto:

10

9. El recipiente se despresuriza desde 55,16 MPa (8000 psi) a 20,68 MPa por encima de la presión atmosférica (3000 psig) a una velocidad de 1,2 MPa (175 psi) por minuto, mientras se mantiene una temperatura de 450°C.

Resultados: la conductividad térmica varía de 180-247 W/mK. La densidad aparente varía de 0,84-0,85 g/cc.

15

Ejemplo III

Es igual que el ejemplo I excepto:

20

9. La presión del recipiente se mantiene a 8000 psig mientras se mantiene una temperatura de 450°C.

La densidad aparente fue de 1,10 g/cc.

Ejemplo IV

25

Es igual que el ejemplo I excepto:

8. El alquitrán se mantiene a 450°C durante 1,5 horas.

30

9. El recipiente se despresuriza desde 55,16 MPa (8000 psi) a 19,31 MPa por encima de la presión atmosférica (2800 psig) a una velocidad de 1,8 MPa (260 psi) por minuto, mientras se mantiene una temperatura de 450°C.

Resultados: la conductividad térmica varía de 222-295 W/mK. La densidad aparente varía de 0,88-0,90 g/cc.

35

Se ha proporcionado una invención con varias ventajas. El proceso de la invención produce grafitos porosos sólidos con una conductividad térmica muy alta que tienen una propiedades de gradiente de densidad más uniformes. La mayor viscosidad del alquitrán durante la operación de procesamiento reduce el tamaño de los poros/burbujas dentro del artefacto poroso final. La manipulación de la temperatura final del proceso permite un mayor control del tamaño de los poros. Además, cambiando la temperatura y los tiempos de mantenimiento junto con los diversos límites superior e inferior de la presión permite la producción de una variedad más amplia de productos de grafito porosos. Los grafitos sólidos porosos de la invención muestran unas conductividades térmicas mayores que 70 W/mK y varían, en general, de aproximadamente 90-300 W/mK, con unas densidades aparentes que varían de aproximadamente 0,678 g/cc-1,5 g/cc.

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir grafito poroso que comprende las etapas de:

introducir el alquitrán en un molde, teniendo el alquitrán un punto de ebullición característico a una presión dada y para una temperatura dada;

purgar el aire del molde;

presurizar el alquitrán entre una presión de procesamiento inicial preseleccionada y una presión de procesamiento final relativamente inferior, actuando la presión inicial preseleccionada para aumentar el punto de ebullición del alquitrán por encima del punto de ebullición a la presión de procesamiento final;

calentar el alquitrán mientras se encuentra a la presión de procesamiento inicial hasta una temperatura por debajo del punto de solidificación pero por encima del punto de ebullición que aparece de forma típica a la presión de procesamiento final;

el alquitrán desde la presión de procesamiento inicial hasta la presión de procesamiento final mientras se mantiene la temperatura del proceso por encima de la temperatura de ebullición típica a la presión final, produciendo, con ello, un artefacto poroso;

calentar el artefacto poroso hasta una temperatura que solidifica y coquifica el artefacto poroso para formar un carbono poroso sólido;

enfriar el artefacto de carbono poroso sólido hasta la temperatura ambiente con la liberación simultánea de la presión;

calentar el carbono poroso sólido hasta una temperatura entre 900°C y 1100°C para carbonizar completamente el artefacto; y

calentar el artefacto de carbono poroso sólido hasta una temperatura entre 2500°C y 3200°C para grafitizar el artefacto, produciendo, con ello, un artefacto de grafito poroso.

2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el alquitrán introducido en el molde se selecciona del grupo que consiste en alquitranes granulados, alquitranes en polvo y alquitranes en granza.

3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el alquitrán se selecciona del grupo que consiste en alquitranes de mesofase e isotrópicos y sus mezclas.

4. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que el alquitrán es un alquitrán de mesofase seleccionado del grupo que consiste en alquitranes sintéticos, alquitranes con una base de carbón, alquitranes con una base de petróleo y sus mezclas.

5. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la presión de procesamiento inicial es mayor que 6,89 MPa (1000 psi).

6. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la presión de procesamiento inicial es más de dos veces la presión de procesamiento final.

7. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la presión de procesamiento final es mayor que 6,89 MPa (1000 psi).

8. Un procedimiento para producir un artefacto de grafito poroso según la reivindicación 1, en el que el artefacto de grafito poroso tiene una conductividad térmica mayor que aproximadamente 150 W/mK y una densidad mayor que una espuma.

9. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la presión de procesamiento inicial es mayor que 6,89 MPa (1000 psi).

10. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la presión de procesamiento inicial es más de dos veces la presión de procesamiento final.

11. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la presión de procesamiento final es mayor que 6,89 MPa (1000 psi).

12. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la presión de procesamiento inicial se selecciona para que sea al menos de 55,16 MPa (8000 psi).

ES 2 319 267 T3

13. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la presión de procesamiento final se selecciona para que sea al menos de 13,79 MPa (2000 psi).

14. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que el artefacto de grafito poroso producido de esta manera tiene una densidad mayor que 0,678 g/cc.

15. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que el artefacto de grafito poroso producido de esta manera tiene una conductividad térmica mayor que 200 W/mK.

16. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que el molde está presurizado en un recipiente hasta una presión inicial de entre 27,6 y 206,8 MPa por encima de la presión atmosférica (de 4.000 a 30.000 psi) con un gas inerte.

17. El procedimiento de la reivindicación 16, en el que el alquitrán dentro del molde se calienta desde la temperatura ambiente hasta una temperatura de fusión de entre 250°C y 350°C a una velocidad de entre 1,0°C y 10,0°C por minuto.

18. El procedimiento de la reivindicación 17, en el que el alquitrán entonces se mantiene entre 250°C y 450°C durante hasta 4 horas.

19. El procedimiento de la reivindicación 18, en el que el recipiente se despresuriza desde la presión de procesamiento inicial hasta la presión de procesamiento final a una velocidad de entre 345 y 4826 KPa (50 y 700 psig) por minuto mientras se mantiene la temperatura de predespresurización.

20. El procedimiento de la reivindicación 19, en el que, después de la despresurización, el artefacto poroso se calienta desde la temperatura de predespresurización hasta una temperatura de entre 400°C y 800°C a una velocidad de entre 1,0°C y 10,0°C por minuto.

21. El procedimiento de la reivindicación 20, en el que el artefacto se mantiene entre 400°C y 800°C durante hasta 4 horas.

22. El procedimiento de la reivindicación 21, en el que el artefacto se enfría desde entre 400°C y 800°C hasta la temperatura ambiente a una velocidad de entre 1,0°C y 30°C por minuto.

23. Un grafito poroso sólido de conductividad térmica muy alta que tiene una conductividad térmica mayor que 150 W/mK y una densidad mayor que 0,678 g/cc.

24. Un sólido según la reivindicación 23 que tiene una conductividad térmica mayor que 150 W/mK y una densidad que varía entre 0,678 g/cc y 1,5 g/cc.

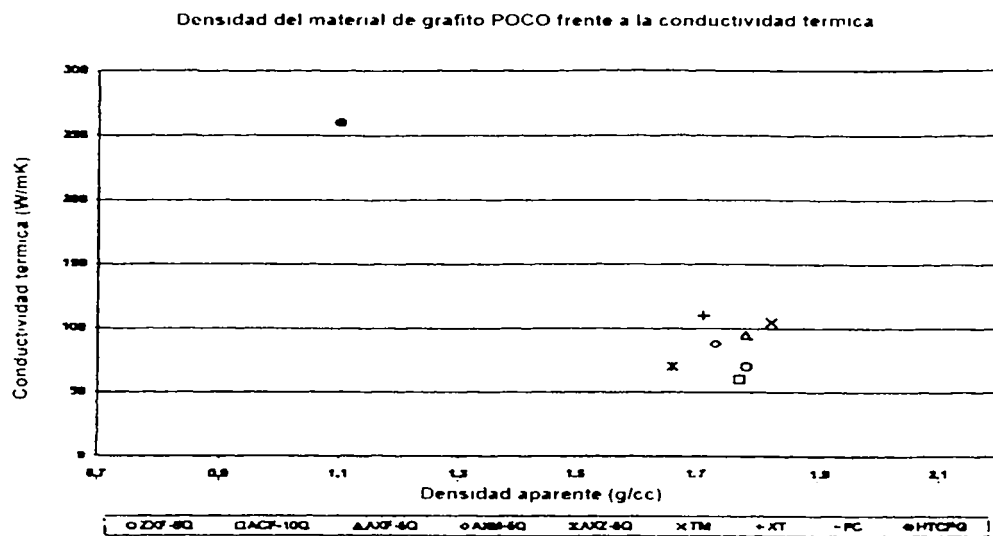


FIGURA 1