

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫② Date de dépôt : 11.01.90.

⑫③ Priorité :

⑦① Demandeur(s) : MITSUBISHI PENCIL CO., LTD —
JP.

⑦② Inventeur(s) : Ouajima Hideo.

⑫④ Date de la mise à disposition du public de la
demande : 12.07.91 Bulletin 91/28.

⑫⑤ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

⑦③ Titulaire(s) :

⑫⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦④ Mandataire : Novapat France.

⑤④ Procédé de préparation d'un diaphragme entièrement carboné pour équipement acoustique.

⑤⑦ Le procédé comprend les étapes consistant à mélanger avec application de forces de cisaillement élevées un mélange d'une ou plusieurs sortes de hauts polymères organiques pouvant être carbonisés par cuisson et d'une poudre de graphite, des cristaux à module d'élasticité élevés étant développés dans la poudre; à mouler par extrusion le mélange dans une matrice d'extrusion profilée pour obtenir un matériau constituant le noyau avec orientation suivant le sens de l'extrusion, et à faire une découpe à la forme désirée; à mélanger indépendamment et mettre sous forme de feuille lors de l'application de forces de cisaillement élevées au mélange avec la poudre de graphite orientée à un haut degré parallèlement au sens de la surface de la feuille, et à faire passer la feuille dans un rouleau de calandrage pour obtenir le matériau constituant la peau sous forme d'une pellicule ou d'une feuille; à lier le matériau constituant la peau aux deux côtés du matériau formant le noyau par emploi d'un liquide organique qui fournit un rendement élevé en résidu de carbone lors de la cuisson, et à cuire alors le corps unitaire obtenu dans l'atmosphère d'un gaz inerte après l'avoir soumis à un traitement le rendant insoluble et infusible.



La présente invention concerne un diaphragme pour équipement acoustique, par exemple un haut-parleur, un casque et un microphone. Plus particulièrement, elle est relative à un diaphragme qui peut avoir d'excellentes caractéristiques acoustiques, compte-tenu du fait que par rapport à un matériau classique pour diaphragme, il possède une résistance mécanique élevée et une haute élasticité, et en outre, son poids est faible et sa perte interne modérée.

D'une façon générale, s'agissant d'un diaphragme pour équipement acoustique, on souhaite que les conditions suivantes soient satisfaites :

- (1) la densité est faible.
- (2) Le module de Young est élevé.
- (3) La vitesse de propagation des ondes longues est élevée.
- (4) La perte interne des vibrations est modérément importante.

En dehors de ce qui précède, lorsqu'on considère la formule suivante :

$$V = (E/\rho)^{1/2}$$

(dans laquelle V = vitesse du son, E = module de Young et ρ = densité), dans le but d'augmenter la vitesse du son, il est nécessaire que la densité soit faible et que le module de Young soit élevé.

Dans la technique antérieure, on a utilisé pour constituer les diaphragmes présentant un module de Young élevé un métal léger tel que l'aluminium, le titane, le magnésium, le béryllium, le bore, etc.

Cependant, les diaphragmes acoustiques en aluminium, titane, magnésium etc., ne peuvent donner un module spécifique de Young E/ρ entièrement satisfaisant, et les diaphragmes en béryllium, bore et autres métaux bien que donnant un module spécifique de Young extrêmement élevé, posent des problèmes en ce sens que leur coût est beaucoup plus élevé que celui des autres matériaux car non seulement ces matériaux bruts sont chers, mais ils sont aussi extrêmement difficiles à travailler.

Compte-tenu des défauts des matériaux pour diaphragmes classiques qu'on a mentionnés ci-dessus, la

présente invention a pour objet un diaphragme qui présente d'excellentes caractéristiques acoustiques en profitant de la plupart des caractéristiques physiques du carbone.

5 Comme cela est bien connu, le carbone possède des propriétés physiques et chimiques allant de celles du carbone cristallin tel que le diamant ou le graphite à celles du carbone amorphe tel que le noir de carbone, le charbon de bois, etc.

10 Le présent inventeur qui a procédé à des recherches poussées dans le but de fabriquer un diaphragme présentant les caractéristiques fonctionnelles souhaitées en combinant ces matériaux à base de carbone, avait antérieurement inventé un procédé pour la préparation d'un diaphragme entièrement carboné obtenu en orientant à un haut
15 degré les cristaux du graphite hautement cristallin ayant un module élastique élevé dans le sens de la surface de la pellicule, employant du charbon de bois en résine comme liant (demande de brevet japonais n° 23 298/1986). Le diaphragme préparé selon l'invention s'est avéré avoir
20 d'excellentes caractéristiques physiques, présentant les propriétés que possède le graphite par suite de l'orientation du graphite hautement cristallin.

Le présent inventeur a poursuivi ses études pour améliorer un diaphragme destiné à un équipement acoustique
25 et ainsi, en portant son attention sur le fait que la structure en nid d'abeille qui vient d'être largement employée comme matériau structurel dans le domaine de la navigation spatiale présente un module élastique spécifique élevé ainsi qu'une perte interne importante par suite de la
30 structure unique, a débouché sur la présente invention.

La présente invention a pour objet un procédé pour préparer un diaphragme entièrement carboné, caractérisé par sa structure unitaire constituée d'un matériau carboné, procédé comprenant les étapes consistant à mélanger 90 - 10
35 % en poids d'une ou de plusieurs sortes de hauts polymères organiques qu'on peut carboniser par cuisson avec 10 - 90 % en poids d'une poudre de graphite dans laquelle des cristaux ayant un module élastique élevé se sont développés; à mouler

par extrusion la composition ainsi mélangée et dispersée de manière uniforme dans une matrice d'extrusion profilée après mélange par application de forces de cisaillement élevées de sorte qu'on peut conférer au produit moulé présentant une orientation dans le sens de l'extrusion une forme désirée présentant un certain nombre de trous; à couper le produit moulé à la forme désirée pour être utilisé comme matériau constituant le noyau; et dans une étape séparée, à malaxer soigneusement la composition mélangée et dispersée décrite ci-dessus en appliquant des forces de cisaillement élevées afin d'obtenir une composition sous forme de feuille dans laquelle la poudre de graphite a été orientée suivant un degré élevé parallèlement au sens de la surface de la feuille; à faire passer la feuille dans un rouleau de calandrage pour donner un produit préformé sous forme d'une pellicule ou d'une feuille ayant l'épaisseur désirée, à qui on confère en outre une forme désirée pour emploi comme matériau constituant une peau; à lier le matériau constituant la peau aux deux côtés du matériau constituant le noyau mentionné ci-dessus par emploi d'une composition organique liquide qui peut présenter un rendement élevé pour le résidu de carbone par cuisson; et alors, après soumission du corps unitaire ainsi obtenu à un traitement le rendant insoluble et infusible, à cuire le produit ainsi traité dans l'atmosphère d'un gaz inerte.

On décrira maintenant le procédé de préparation d'un diaphragme entièrement carboné pour équipement acoustique selon la présente invention.

Tout d'abord, on ajoute 90 à 10 % en poids, de préférence 80 à 20 % en poids, d'une ou plusieurs sortes de hauts polymères organiques qu'on peut carboniser par cuisson, à 10 - 90 % en poids, de préférence 20 à 80 % en poids, de poudre de graphite, et on les mélange et les disperse uniformément en utilisant un mélangeur à haute vitesse tel qu'un mélangeur dit Henschel ou analogue. Alors, on malaxe le mélange résultant en lui appliquant des forces de cisaillement élevées, d'où il résulte qu'à la suite de la réaction mécano-chimique due à l'énergie mécanique on

obtient un produit malaxé thermoplastique, moulable par extrusion, qui comporte des grains fins de carbone dont les surfaces ont été liées physico-chimiquement au liant, pouvant être carbonisé par cuisson.

5 Comme machine de malaxage pour l'application des forces de cisaillement, on peut utiliser un moulin à deux rouleaux, un moulin à trois rouleaux, un concasseur sous pression, un mélangeur dit Banbury, une extrudeuse à vis biaxiale, etc. Au moment du malaxage, on peut également
10 appliquer de la chaleur, et on peut aussi utiliser deux ou plusieurs sortes de machines de malaxage.

 Comme poudre de graphite qu'on emploie dans la présente invention, on peut choisir une ou plusieurs sortes de fines de graphite ayant une cristallinité élevée telles
15 que le graphite naturel, le graphite artificiel, le graphite dit Kish et le pyro-graphite; la fibre de graphite à module élastique super-élevée (barbes). Le diamètre moyen approprié pour les particules de la poudre de graphite est inférieur à 200 micromètres, ou de préférence inférieur à 50
20 micromètres.

 Comme haut polymère organique qu'on peut carboniser par cuisson, l'utilisation la meilleure consiste à employer une ou plusieurs sortes choisies dans le groupe constitué des résines thermoplastiques telles qu'une résine
25 de chlorure de vinyle, une résine de chlorure de vinyle chlorée, un polyacrylonitrile, l'alcool polyvinylique, une polyamide, etc.; des résines thermodurcissables telles que la résine furane, une résine phénolique, une résine époxy, une résine de polyester insaturé, etc.; des hauts polymères
30 naturels ayant une partie aromatique polycyclique condensée dans la structure de base de la molécule telle que la lignine, la cellulose, la gomme adraganthe, la gomme arabique, les sucres, etc.; des condensés de la formoline; des hauts polymères artificiels ayant une partie aromatique polycyclique condensée dans la structure de base de la
35 molécule tel que les colorants de la série indenthène et ses intermédiaires; les brais tels que l'asphalte de pétrole, le brai de goudron, le brai craqué de naphta, les

brais de distillation à l'état sec des résines artificielles, etc.

Parmi ces substances, certaines peuvent avoir difficilement une forme appropriée en soi, mais dans ce cas, il vaut mieux mélanger une ou plusieurs sortes des résines thermoplastiques décrites ci-dessus comme aide au moulage.

En outre, dans le but d'améliorer soit la caractéristique au moment du malaxage qui est effectué en appliquant des forces de cisaillement élevées, soit la caractéristique au moment du moulage par extrusion, le cas échéant, on peut ajouter au mélange une ou plusieurs sortes de plastifiants ou de solvants tels que DOP, DBP, TCP, DOA, DOS, DAP, le carbonate de propylène, la N-méthylpyrrolidone, des alcools, des cétones, des esters, etc. et/ou une ou plusieurs sortes choisies dans le groupe constitué des aides au moulage telles que la polyoléfine chlorée, le copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle, le copolymère d'éthylène-acryle, des savons métalliques, des savons aliphatiques, des composés d'organoétain, etc.

En outre, parmi ces substances, la carbonisation idéale peut difficilement se produire avec certaines d'entre elles, et dans ce cas, si après addition au mélange d'un catalyseur favorisant la carbonisation, représenté par un acide de Lewis, tel que les oxydes de fer, nickel et cobalt, le chlorure d'aluminium, etc., le produit moulé par extrusion est soumis à un traitement de déshydrogénation par chauffage, il est possible de produire facilement un précurseur du carbone par carbonisation.

Ensuite, le produit mélangé décrit ci-dessus est moulé par extrusion dans une matrice profilée par l'emploi d'une machine de moulage par extrusion du type à vis, ou analogue, si nécessaire, tout en chauffant la tête de la matrice à une température de 50 à 250°C, d'où il résulte qu'on obtient un produit moulé qui peut présenter de nombreux trous dans le nid d'abeille souhaité, orientés dans le sens de l'extrusion. On utilise le produit moulé ainsi obtenu comme matériau pour constituer le noyau. Alors, on peut couper le produit moulé aux dimensions et formes

désirées après sa solidification par refroidissement, mais dans le cas où un plastifiant ou un solvant est utilisé dans le mélange, la plus grande partie du plastifiant ou du solvant s'évapore dans l'atmosphère ou sous pression diminuée, ou bien le produit moulé est soumis à un traitement le rendant insoluble ou infusible, et ensuite on le coupe aux dimensions et formes désirées, par exemple sous forme de plan, de cône, de dôme, etc.

D'autre part, lorsque le produit malaxé qu'on vient de décrire est en outre malaxé par l'emploi d'un malaxeur présentant des forces de cisaillement élevées, tel qu'un rouleau de mélange, etc. on obtient un produit en feuille dans lequel la poudre de graphite a été orientée suivant un degré élevé parallèlement au sens de la surface de la feuille.

En outre, en faisant passer le produit en feuille dans un rouleau de calandrage, on obtient une pellicule ou une feuille ayant l'épaisseur désirée. De manière à conférer à la pellicule ou à la feuille l'orientation ainsi obtenue, on peut la soumettre également à un traitement d'étirage dans les directions monoaxiale ou biaxiale. On donne alors au produit préformé en pellicule ou en feuille ainsi obtenu les dimensions et la forme désirées telles qu'un plan, un cône, un dôme, etc., et on le chauffe à une température de 50 à 300°C jusqu'à ce que la solidification s'avère suffisante, et alors on sort le produit moulé du moule et l'utilise comme matériau pour constituer la peau.

On traite les matériaux constituant le noyau et la peau qu'on obtient en suivant le procédé venant d'être décrit, d'une manière telle qu'ils se trouvent à l'état vert ou après avoir été soumis au traitement les rendant insolubles et infusibles, on lie le matériau constituant la peau aux deux côtés du matériau formant le noyau en utilisant une composition organique liquide.

Quant au traitement rendant insolubles et infusibles les matériaux constituant le noyau et la peau, on peut indiquer un procédé dans lequel on exécute le

traitement thermique à une température comprise entre 150 et 300°C en atmosphère oxydante d'air, d'ozone, etc., procédé dans lequel le traitement thermique est effectué à 50 - 300°C sous atmosphère d'ammoniac ou d'un gaz corrosif tel que le chlore gazeux, etc. procédé dans lequel on applique un rayonnement, mais dans le cadre de la présente invention il n'y a aucune limitation particulière quant au procédé décrit ci-dessus.

La composition liquide organique telle qu'elle est utilisée ici comprend les résines thermoplastique telles que le chlorure de polyvinyle, le chlorure de vinyle chloré; les résines thermodurcissables telles qu'une résine phénolique, une résine de furane, une polyimide, etc.; les hauts polymères naturels tels que la gomme d'adraganthe, etc., les brais d'asphalte, tels que l'asphalte de pétrole, le brai de goudron, etc., et les brais de distillation à l'état sec qu'on obtient par distillation à sec de hauts polymères organiques, et dans le but de renforcer la liaison entre le matériau constituant le noyau et celui constituant la peau au moment de la carbonisation, on peut ajouter à une ou plusieurs de ces sortes de combinaisons de 10 à 90 % en poids de poudre de carbone tels que du graphite naturel, du graphite artificiel, du noir de carbone, de la poudre de coke, de la poudre de charbon de bois, etc., le diamètre moyen des particules étant inférieur à 200 micromètres ou de préférence inférieur à 50 micromètres.

Lorsque le haut polymère organique n'est pas liquide à la température ordinaire, on préfère employer le condensat principal de la substance, une solution dissoute dans un solvant, ou une masse fondue chauffée.

On solidifie la composition organique liquide appliquée entre les matériaux constituant le noyau et la peau en la soumettant à un traitement thermique, à un traitement d'élimination par solvant, etc. de manière à effectuer leur adhérence mutuelle.

On place la structure unitaire obtenue par le procédé ci-dessus dans une cassette pour cuisson et la carbonise par cuisson à une température atteignant 1000 à

1500°C dans de l'azote gazeux ou dans une phase gazeuse inerte telle que l'argon gazeux, etc. Dans cette étape de carbonisation par cuisson, dans le but d'éviter la déformation ou d'empêcher des défauts tels que des fendillements, etc. du produit, il est essentiel d'élever lentement la température à une vitesse de chauffage de 50°C/h ou moins, ou de préférence de 20°C/h ou moins jusqu'à une température de 500°C. Dans la zone située au-dessus de 500°C, le chauffage est effectuée à une vitesse de 20 - 200°C/h, ou de préférence, pour des raisons économiques de 50 à 100°C/h et en outre, dans le but d'assurer l'uniformité de la réaction de carbonisation, le chauffage est poursuivi pendant 1 à 5 heures à la température maximum et après avoir permis un refroidissement spontané, la cuisson est complète.

On expliquera plus pleinement la présente invention au moyen de quelques exemples. Néanmoins, on remarquera que la présente invention n'est pas limitée à ces exemples.

EXEMPLE 1

Après avoir dissous 30 % en poids du condensat principal d'une résine à base d'alcool furfurylique/furfural (dite VF-302 fabriquée par la société Hitachi Chemical Co., Ltd.) et 20 % en poids d'une résine de chlorure de polyvinyle (fabriquée par la société Nippon Zeon Co. Ltd.; degré moyen de polymérisation 800) dans du tétrahydrofurane, on ajoute 20 % en poids de phtalate de dibutyle à la solution obtenue comme plastifiant pour donner la matière brute du liant de carbonisation, qu'on mélange avec 5 % en poids de graphite lamellaire naturel (diamètre moyen des particules de 5 micromètres) dont les cristaux ont été bien développés, et qu'on disperse de façon uniforme dans un malaxeur, le malaxage étant effectué pendant 40 minutes avec utilisation d'un moulin à trois rouleaux, dont la surface est maintenue à une température de 125°C. On extrait le produit malaxé, et on obtient des pastilles pour moulage par extrusion au moyen d'une machine de formation de pastilles sous une pression de la résine de 120 kg/cm² tout en chauffant la tête de la matrice à 120°C d'où il résulte

l'obtention d'un produit moulé, d'un diamètre de 100 mm qui présente 140 cellules circulaires, chacune ayant un diamètre de 7 mm.

5 Après traitement du produit moulé dans un four chauffé à 150°C de manière à évaporer la majeure partie du liant en phtalate de dibutyle, on le coupe à une épaisseur de 4 mm et le chauffe à une vitesse de 5°C par heure jusqu'à 180°C, température qu'on maintient pendant 10 heures pour exécuter le traitement le rendant insoluble et infusible.

10 D'autre part, le produit mélangé qu'on vient de décrire est malaxé à fond au moyen d'un rouleau de mélange dont la température en surface est maintenue à 80°C, de manière à obtenir une composition en forme de feuille dans laquelle les surfaces cristallines du graphite ont été
15 hautement orientées dans le sens de la surface de la feuille.

 Alors, on passe la composition dans un rouleau de calandrage afin de la préformer pour obtenir une pellicule de 100 micromètres d'épaisseur.

20 Ensuite, on soumet à une traction la pellicule préformée qu'on a ainsi obtenue dans les directions biaxiales et on la traite dans un four chauffé à 150°C de manière à évaporer la majeure partie du liant, après quoi on la découpe à un diamètre de 95 mm et la soumet au traitement
25 la rendant insoluble et infusible dans les conditions décrites ci-dessus.

 Après avoir ajouté séparément 20 % en poids de tétrahydrofurane, au produit malaxé précédent, on applique le produit obtenu comme composition organique liquide aux
30 deux surfaces du matériau constituant le noyau, qui a été rendu insoluble et infusible par le traitement précédent, et on lie le matériau constituant la peau. Après évaporation du tétrahydrofurane, on chauffe le produit lié pendant 1 heure dans un four porté à une température de 180°C.

35 On soumet la structure unitaire ainsi obtenue à un traitement de carbonisation par chauffage en atmosphère d'azote gazeux à une vitesse de chauffage de 10°C/h entre la température ambiante et 300°C, à 30°C/h entre 300 et 600°C

et à 50°C/h entre 600 et 1200°C, et après refroidissement, on extrait le produit.

5 Le diaphragme en nid d'abeille entièrement carboné du type plan qu'on obtient ainsi a un diamètre extérieur de 90 mm, une épaisseur de 3 mm, un diamètre des cellules de 6 mm, et un nombre de cellules de 140, donnant la caractéristique de vitesse du son de 12,1 km/s et une perte interne de 0,04.

EXEMPLE 2

10 Après dissolution dans un solvant de 30 % en poids de résine de phénol du type résol (dite PL-2382, fabriquée par la société Gun'ei Kagaku Co., Ltd.) et de 20 % en poids de résine formale de polyvinyle (fabriquée par la société Denki Kagaku Kogyo K.K., degré de formalation 74 moles %), on ajoute 20 % en poids de phtalate de dibutyle à la solution obtenue pour donner le liant de carbonisation, qu'on mélange avec 50 % en poids de poudre de graphite naturel (diamètre moyen des particules de 10 micromètres) dont les cristaux ont été bien développés et dispersés uniformément dans un malaxeur. Ensuite, en effectuant le même traitement que dans les étapes de l'exemple 1 en utilisant une machine de moulage par extrusion du type à vis monoaxiale, on obtient un produit moulé ayant un diamètre extérieur de 200 mm, qui comporte 130 cellules en nid d'abeille, chaque cellule ayant un côté de 8 mm de long. 20 Après traitement du produit moulé dans un four chauffé à 150°C de manière à faire évaporer la majeure partie du phtalate de dibutyle, on le coupe pour lui conférer une forme conique de 5 mm d'épaisseur, et le soumet au traitement le rendant insoluble et infusible dans les mêmes conditions que dans l'exemple 1. 25 30

35 D'autre part, on préforme le produit malaxé qu'on a obtenu en suivant les mêmes étapes de traitement que dans l'exemple 1, pour obtenir une pellicule de 200 micromètres d'épaisseur en suivant le même processus que dans l'exemple 1. On moule la pellicule sous forme conique d'un diamètre extérieur de 190 mm en employant une machine de moulage sous vide et la chauffe jusqu'à 180°C dans le

5 moule métallique de manière à éliminer partiellement le plastifiant et en même temps faciliter le pré-durcissement, et l'extrait alors du moule après refroidissement. On soumet le produit moulé ainsi obtenu au traitement le rendant insoluble et infusible dans les mêmes conditions que dans l'exemple 1.

10 Ensuite, après avoir ajouté 30 % en poids de phtalate de dibutyle au produit malaxé et l'avoir agité soigneusement, on applique le produit résultant comme composition organique liquide aux deux surfaces du matériau constituant le noyau qui a été rendu insoluble et infusible par le traitement précédent, et on lie le matériau formant la peau. Après évaporation de la majeure partie du phtalate de dibutyle dans un four chauffé à 150°C, on poursuit le traitement thermique pendant 1 heure à une température de 180°C.

On soumet la structure unitaire ainsi obtenue au traitement de carbonisation dans les mêmes conditions que dans l'exemple 1.

20 Le diaphragme en nid d'abeille entièrement carboné du type cône qu'on obtient ainsi a un diamètre extérieur de 180 mm, une épaisseur de 4,5 mm, une longueur des côtés des cellules de 7 mm, et un nombre de cellules de 150, donnant la caractéristique de vitesse du son de 10,8 km/s et une perte interne de 0,05.

En comparant les caractéristique des diaphragmes obtenus selon la présente invention à celles des diaphragmes classiques, on obtient les résultats indiqués dans le tableau 1 :

TABLEAU 1

Matériau	Vitesse du son (k/s.)	Perte interne (tg δ)
Aluminium	5,1	0,002 - 0,003
Titane	4,9	
35 Magnésium	5,1	
Béryllium	12,2	
Polypropylène	1,3	0,06
Papier (pulpe)	1,0-2,4	0,02 - 0,06

Exemple 1	12,1	0,04
Exemple 2	10,8	0,05

5 Comme on peut le voir d'après le tableau précédent, les caractéristiques des diaphragmes de la présente invention sont supérieures à celles des diaphragmes métalliques tels qu'en aluminium, titane, magnésium, etc. en ce qui concerne la vitesse du son.

10 En outre, s'agissant de $\text{tg } \delta$, les diaphragmes de la présente invention présentent des valeurs élevées comparables à celles du papier ou des matériaux plastiques.

15 Ces caractéristiques excellentes des diaphragmes en nid d'abeille entièrement carbonés permettent d'obtenir leur pleine capacité dans des équipements audio numériques tels que les hauts-parleurs pour la reproduction des disques compacts tout récents, caractéristiques qui renforcent la qualité du ton et la gamme dynamique.

20 La présente invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation qui viennent d'être décrits, elle est au contraire susceptible de modifications et de variantes qui apparaîtront à l'homme de l'art.

REVENDICATIONS

1 - Procédé pour préparer un diaphragme intégré
entièrement carboné pour équipement acoustique, caractérisé
en ce qu'il comprend les étapes consistant à mélanger 90 à
5 10 % en poids d'une ou plusieurs sortes de hauts polymères
organiques qu'on peut carboniser par cuisson avec 10 à 90 %
en poids de poudre de graphite dans laquelle des cristaux
ayant un module élastique élevé se sont développés; à mouler
par extrusion la composition mélangée et dispersée
10 uniformément dans une matrice d'extrusion profilée par
malaxage complet par application de forces de cisaillement
élevées de sorte qu'on peut conférer au produit moulé
présentant une certaine orientation dans la direction de
l'extrusion une forme désirée comportant un certain nombre
15 de trous; à couper le produit moulé obtenu à la forme
désirée pour emploi comme matériau constituant le noyau;
dans une étape séparée de celle-ci, à malaxer complètement
la composition mélangée et dispersée décrite ci-dessus par
application de forces de cisaillement élevées afin d'obtenir
20 une composition en forme de feuille dans laquelle la poudre
de graphite a été orientée à un haut degré parallèlement au
sens de la surface de la feuille; à faire passer la feuille
obtenue dans un rouleau de calandrage pour donner un produit
préformé ayant la forme d'une pellicule ou d'une feuille
25 présentant l'épaisseur désirée, à laquelle on confère en
outre la forme désirée pour emploi comme matériau
constituant la peau; à lier le matériau constituant la peau
aux deux côtés du matériau formant le noyau par utilisation
d'une composition organique liquide qui peut présenter un
30 rendement élevé dans le résidu de carbone par cuisson, et
alors, après soumission du corps unitaire ainsi obtenu au
traitement le rendant insoluble et infusible, à cuire le
produit ainsi traité dans l'atmosphère d'un gaz inerte.

2 - Procédé selon la revendication 1,
35 caractérisé en ce qu'on mélange 20 à 80 % en poids de poudre
de graphite et 80 à 20 % en poids d'une ou plusieurs sortes
de hauts polymères organiques qu'on peut carboniser par
cuisson.

3 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la poudre de graphite est une ou plusieurs sortes de fines de graphite ayant une cristallinité élevée choisies dans le groupe constitué du graphite naturel, du graphite artificiel, du graphite Kish, du pyro graphite, de la fibre de graphite à module d'élasticité super-élevée (barbes).

4 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le diamètre moyen des particules du graphite est inférieur à 200 micromètres.

5 - Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que le diamètre moyen des particules du graphite est inférieur à 50 micromètres.

6 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la composition organique liquide qui peut présenter un rendement élevé dans le résidu de carbone par cuisson est constituée d'une ou plusieurs sortes choisies dans le groupe composé des résines thermoplastiques telles que la résine de chlorure de vinyle, la résine de chlorure de vinyle chloré, un polyacrylonitrile, l'alcool polyvinylique, une polyamide, etc., des résines thermodurcissables telles qu'une résine de furane, une résine de phénol, une résine époxy, une résine de polyester insaturée, etc.; des hauts polymères naturels ayant une partie aromatique polycyclique condensée dans la structure de base de la molécule telle que la lignine, la cellulose, la gomme adraganthe, la gomme arabique, les sucres, etc., des condensats de formaline; des hauts polymères artificiels ayant une partie aromatique polycyclique condensée dans la structure de base de la molécule tels que les colorants de la série indanthrène et ses intermédiaires; des brais tels que l'asphalte de pétrole, le brai de goudron, le brai craqué de naphta, les brais de distillation à l'état sec des résines artificielles.

7 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la composition liquide organique est une ou plusieurs sortes de la composition choisie dans le groupe constitué des résines thermoplastiques, des résines

thermodurcissables, des hauts polymères naturels, des brais d'asphalte, et des brais de distillation à sec pouvant être obtenus par distillation à sec de hauts polymères organiques.

- 5 8 - Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de carbonisation par cuisson est effectuée en élevant lentement la température à une vitesse de chauffage de 50°C/h dans la région jusqu'à 500°C, puis à une vitesse de chauffage de 20-200°C/h dans la région
10 supérieure à 500°C, par chauffage ultérieur de 1 à 5 heures à la température maximum et à la suite d'un refroidissement spontané, la cuisson est achevée.

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE**RAPPORT DE RECHERCHE**
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la rechercheFR 9000288
FA 439209

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
E	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN, vol. 14, no. 145 (E-905)[4088], 19 mars 1990; & JP-A-2 007 697 (MITSUBISHI PENCIL CO., LTD) 11-01-1990 -----	1-8
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) C 04 B 35/00 H 04 R 7/00 H 04 R 31/00
Date d'achèvement de la recherche 08-10-1990		Examineur HAUCK, H.N.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		