

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS  
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 991 852**

(51) Int. Cl.:

**H01G 11/24** (2013.01)  
**H01G 11/34** (2013.01)  
**H01G 11/48** (2013.01)  
**H01M 4/583** (2010.01)  
**C01B 32/00** (2007.01)  
**C01B 32/05** (2007.01)

(12)

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.07.2010 PCT/US2010/040836**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **06.01.2011 WO11003033**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.07.2010 E 10794793 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2024 EP 2448748**

---

(54) Título: **Materiales de carbono sintético ultrapuro**

(30) Prioridad:

**01.07.2009 US 222431 P**  
**26.10.2009 US 255037 P**  
**26.10.2009 US 255054 P**  
**16.11.2009 US 261703 P**

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**05.12.2024**

(73) Titular/es:

**BASF MOBILE EMISSIONS CATALYSTS LLC**  
**(100.0%)**  
**33 Wood Ave. S**  
**Iselin, NJ 08830, US**

(72) Inventor/es:

**FEAVER, AARON, M.;**  
**COSTANTINO, HENRY, R. y**  
**SCOTT, WILLIAM, D.**

(74) Agente/Representante:

**DEL VALLE VALIENTE, Sonia**

**ES 2 991 852 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

Materiales de carbono sintético ultrapuro

5

**Antecedentes**

Campo técnico

10 La presente invención se refiere en general a materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros, a métodos para fabricar los mismos, a condensadores eléctricos de doble capa que los comprenden y a electrodos que los contienen.

Descripción de la técnica relacionada

15 El carbono activado se emplea comúnmente en dispositivos de almacenamiento y distribución eléctricos. La alta área de superficie, conductividad y porosidad del carbono activado permite el diseño de dispositivos eléctricos con una mayor densidad de energía que los dispositivos que emplean otros materiales. Los condensadores eléctricos de doble capa (EDLC) son un ejemplo de este tipo de dispositivos. Los EDLC suelen tener electrodos preparados a partir de un material de carbono activado y un electrolito adecuado, y tienen una densidad de energía extremadamente alta en  
20 comparación con los condensadores más comunes. Los usos típicos de los EDLC incluyen el almacenamiento y la distribución de energía en dispositivos que requieren breves ráfagas de energía para la transmisión de datos, o funciones de máxima potencia, como módems inalámbricos, teléfonos móviles, cámaras digitales y otros dispositivos electrónicos portátiles. Los EDLC también se usan comúnmente en vehículos eléctricos tales como coches eléctricos, trenes, autobuses y similares.

25 Las baterías son otro dispositivo común de almacenamiento y distribución de energía que a menudo contienen un material de carbono activado (por ejemplo, como material de ánodo, colector de corriente o potenciador de la conductividad). Por ejemplo, las baterías de litio/carbono que tienen un ánodo carbonoso intercalado con litio representan un dispositivo de almacenamiento de energía prometedor. Otros tipos de baterías que contienen carbono incluyen las baterías de litio-aire, que utilizan carbono poroso como colector de corriente para el electrodo de aire, y las baterías de plomo-ácido que a menudo incluyen aditivos de carbono en el ánodo o en el cátodo. Las baterías se emplean en diferentes dispositivos electrónicos que requieren energía eléctrica de baja densidad de corriente (en comparación con la alta densidad de corriente de un EDLC).

35 Una limitación conocida de los EDLC y las baterías a base de carbono es la disminución del rendimiento a alta temperatura y alto voltaje, a ciclos repetidos de carga/descarga y/o al envejecer. Esta disminución del rendimiento se ha atribuido a la impureza del electrolito o a las impurezas en el propio electrodo de carbono, lo que provoca la ruptura del electrodo en la interfaz electrolito/electrodo. Por lo tanto, se ha sugerido que los EDLC y/o las baterías que comprenden electrodos preparados a partir de materiales de carbono de mayor pureza podrían funcionar a voltajes  
40 más altos y durante períodos de tiempo más prolongados a temperaturas más altas que los dispositivos existentes.

Aunque se ha reconocido la necesidad de materiales de carbono de mayor pureza que tengan tanto una alta área de superficie como una alta porosidad, dicho material de carbono no está disponible comercialmente y ningún método de preparación descrito es capaz de producir el carbono de alta pureza deseado para dispositivos eléctricos de alto rendimiento. Un método común para producir materiales de carbono activado de gran superficie es pirolizar un material existente que contiene carbono (por ejemplo, fibras de coco o caucho de neumáticos). Esto da como resultado un carbono con un área de superficie relativamente baja que posteriormente puede sobreactivarse para producir un material con el área de superficie y la porosidad necesarias para la aplicación deseada. Tal enfoque está inherentemente limitado por la estructura existente del material precursor, y normalmente da como resultado bajos rendimientos del proceso y un material de carbono que tiene un contenido de cenizas (es decir, impurezas metálicas) del 1 % o más. Los materiales de carbono activado también se pueden preparar mediante activación química. Por ejemplo, el tratamiento de un material que contiene carbono con un ácido, una base o una sal (por ejemplo, ácido fosfórico, hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, cloruro de zinc, etc.) seguido de calentamiento da como resultado un material de carbono activado. Sin embargo, dicha activación química produce materiales de carbono activado con un alto nivel de impurezas residuales del proceso (por ejemplo, metales).

Otro enfoque para producir materiales de carbono activado de alta área de superficie es preparar un polímero sintético a partir de componentes básicos orgánicos que contienen carbono (por ejemplo, un gel polimérico ultrapuro). Al igual que con los materiales orgánicos existentes, los polímeros preparados sintéticamente se pirolizan y activan para producir un material de carbono activado. En comparación con el enfoque tradicional descrito anteriormente, la porosidad intrínseca del polímero preparado sintéticamente da como resultado mayores rendimientos del proceso porque se pierde menos material durante la etapa de activación. Sin embargo, al igual que con los materiales de carbono preparados a partir de otros métodos conocidos, los materiales de carbono activado preparados a partir de polímeros sintéticos mediante los métodos descritos contienen niveles inadecuados de impurezas (por ejemplo, metales).

65

El documento US 2008/201025 A1 describe un método para controlar el frenado de una aeronave que tiene una pluralidad de frenos que comprenden elementos de fricción, comprendiendo el método las siguientes etapas para al menos un grupo (12, 13) de frenos:

- 5    estimar el nivel de energía ( $\Delta E$ ) que deben disipar los frenos del grupo; y  
 estimar los puntos de ajuste de frenado individuales ( $F_i$ ) para cada uno de los frenos del grupo de modo que los puntos de ajuste de frenado individuales permitan, al menos en condiciones normales de funcionamiento de los frenos, implementar un frenado que disipe dicho nivel de energía, determinándose también los puntos de ajuste de frenado individuales para satisfacer al menos otro objetivo operativo dado.

10    El documento US 2007/008677 A1 se refiere a un método para fabricar partículas de material de electrodo activo, comprendiendo el método las etapas de proporcionar carbono activado con un contenido de cloruro que no supere aproximadamente 50 partes por millón; proporcionar aglutinante; mezclar el carbono activado y el aglutinante para obtener una mezcla; y fibrilar el aglutinante en la mezcla.

15    El documento US 5 858 486 A se refiere a un susceptor de crisol para un proceso de crecimiento de cristales para extraer un lingote de cristal de un material cristalino fundido en un crisol, que comprende un material compuesto de alta pureza que comprende una matriz de carbono reforzada con tela de fibra de carbono bidimensional tejida de forma continua; teniendo dicho material compuesto de alta pureza un nivel total de impureza metálica inferior a aproximadamente 10 partes por millón; siendo dicho susceptor de crisol una estructura de estratificación de capas de una sola pieza de dicho material compuesto de alta pureza, que tiene un anillo lateral y una base, teniendo dicho anillo lateral y dicha base sustancialmente el mismo grosor.

20    25    El documento US 2002/168314 A1 describe un método que comprende las etapas de expandir un material de grafito desde una primera densidad hasta una segunda densidad más pequeña; y después de la expansión, purificar el material de grafito.

30    Si bien se han realizado avances significativos en este campo, sigue existiendo la necesidad en la técnica de materiales de carbono altamente puros, así como de métodos para fabricar los mismos y dispositivos que los contengan. La presente invención satisface estas necesidades y proporciona otras ventajas relacionadas.

#### Breve resumen

35    En términos generales, la presente invención se refiere a materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros, así como a métodos para fabricar dichos materiales. Tales materiales tienen aplicación en el contexto de dispositivos de almacenamiento y distribución eléctricos, particularmente para su uso en electrodos para EDLC y baterías. Los materiales de carbono existentes contienen niveles residuales de diversas impurezas (por ejemplo, cloro, azufre, metales, etc.) que se sabe que disminuyen el voltaje de ruptura del electrolito en el cual están sumergidos los electrodos. Por lo tanto, los electrodos existentes deben funcionar a voltajes más bajos y tener una vida útil más corta que los dispositivos que comprenden los materiales de carbono sintéticos ultrapuros de esta invención. Las impurezas en los electrodos de carbono también contribuyen a la degradación de otros componentes dentro de un EDLC o batería. Por ejemplo, la membrana porosa que separa los dos electrodos de carbono en un EDLC puede degradarse por el cloro u otras impurezas dentro del electrodo de carbono. Los materiales de carbono sintéticos ultrapuros descritos en la presente memoria son significativamente más puros que cualquier material de carbono conocido y, por lo tanto, mejoran el funcionamiento de cualquier número de dispositivos de almacenamiento y/o distribución eléctricos.

40    45    Por consiguiente, en una realización, se describe un material de carbono amorfo sintético ultrapuro. El material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende un contenido total de impurezas inferior a 500 ppm de elementos que tienen números atómicos que varían de 11 a 92, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones, o en donde el contenido total de impurezas es inferior a 300 ppm, o preferiblemente inferior a 200 ppm o más preferiblemente inferior a 100 ppm, en donde el material de carbono comprende un área de superficie específica de BET de al menos 1000 m<sup>2</sup>/g.

50    55    En otras realizaciones, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende un contenido de cenizas inferior al 0,03 %, por ejemplo inferior al 0,01 %, calculado a partir de los datos de emisión de rayos X inducida por protones.

60    En otras realizaciones, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende al menos un 95 % de carbono en peso, medido mediante análisis de combustión y emisión de rayos X inducida por protones.

65    En otras realizaciones, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende menos de 3 ppm de hierro, menos de 1 ppm de níquel, menos de 5 ppm de azufre, menos de 1 ppm de cromo o menos de 1 ppm de cobre, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones.

En otras realizaciones, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende menos de 100 ppm de sodio, menos de 300 ppm de silicio, menos de 50 ppm de azufre, menos de 100 ppm de calcio, menos de 20 ppm de hierro,

5 menos de 10 ppm de níquel, menos de 140 ppm de cobre, menos de 5 ppm de cromo y menos de 5 ppm de zinc, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos de 50 ppm de sodio, menos de 50 ppm de silicio, menos de 30 ppm de azufre, menos de 10 ppm de calcio, menos de 2 ppm de hierro, menos de 1 ppm de níquel, menos de 1 ppm de cobre, menos de 1 ppm de cromo y menos de 1 ppm de zinc, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones.

10 En otras realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos del 3,0 % de oxígeno, menos del 0,1 % de nitrógeno y menos del 0,5 % de hidrógeno, según se determina mediante análisis de combustión.

15 Por ejemplo, en otras realizaciones específicas, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos del 1,0 % de oxígeno según lo determinado por el análisis de combustión.

20 En otras realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende un criogel polimérico ultrapuro pirolizado. Mientras que en otras realizaciones, el material de carbono sintético ultrapuro o el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprenden un criogel polimérico ultrapuro activado.

25 En algunas otras realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende un área de superficie específica de BET de al menos 1500 m<sup>2</sup>/g, al menos 2000 m<sup>2</sup>/g o al menos 2400 m<sup>2</sup>/g.

30 En otras realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende un volumen de poro de al menos 0,7 cm<sup>3</sup>/g.

35 Esta alta pureza del material de carbono descrito se puede atribuir al proceso sol-gel descrito. Los solicitantes han descubierto que cuando uno o más precursores poliméricos, por ejemplo un compuesto fenólico y un aldehído, se copolimerizan en condiciones ácidas en presencia de un catalizador básico volátil, se produce un gel polimérico ultrapuro. Esto contrasta con otros métodos descritos para la preparación de geles poliméricos ultrapuros que dan como resultado geles poliméricos ultrapuros que comprenden niveles residuales de metales y/u otras impurezas, así como niveles residuales de disolvente de reacción y/o disolvente de extracción. La preparación de materiales de carbono a partir de estos geles poliméricos ultrapuros impuros, por ejemplo mediante pirólisis y/o activación, da como resultado materiales de carbono que también son impuros.

40 El material de carbono amorfó sintético ultrapuro descrito puede fabricarse a partir del gel polimérico ultrapuro mediante pirólisis y/o activación del gel polimérico ultrapuro. El gel polimérico ultrapuro, a su vez, puede fabricarse haciendo reaccionar uno o más precursores poliméricos en condiciones ácidas en presencia de un catalizador básico volátil para obtener un gel polimérico ultrapuro.

45 Por consiguiente, en una realización, la presente descripción proporciona un método para fabricar el material de carbono amorfó sintético ultrapuro anterior, comprendiendo el método hacer reaccionar uno o más precursores poliméricos que comprenden compuestos fenólicos y compuestos aldehído en condiciones ácidas en presencia de un catalizador básico volátil para obtener un gel polimérico ultrapuro, y que además comprende:

- (a) liofilizar el gel polimérico ultrapuro para obtener un criogel polimérico ultrapuro;
- 45 (b) pirolizar el criogel polimérico ultrapuro para obtener un criogel ultrapuro pirolizado; y
- (c) activar el criogel ultrapuro pirolizado para obtener un material de carbono activado sintético ultrapuro.

50 El material de carbono amorfó sintético ultrapuro se puede utilizar en cualquier dispositivo de almacenamiento y distribución eléctricos. La combinación de ultrapureza, alta porosidad y alta área de superficie permite la preparación de dispositivos de almacenamiento y distribución eléctricos que tienen propiedades superiores a las de los dispositivos conocidos. Los dispositivos que comprenden el material de carbono amorfó sintético ultrapuro son capaces de funcionar a voltajes más altos durante períodos de tiempo más largos a temperaturas más altas que los dispositivos comparables preparados a partir de carbono de menor pureza.

55 En algunas realizaciones adicionales, se proporciona un dispositivo de condensador eléctrico de doble capa (EDLC) que comprende:

- 60 a) un electrodo positivo y un electrodo negativo en donde cada uno de los electrodos positivo y negativo comprende el material de carbono amorfó sintético ultrapuro mencionado anteriormente;
- b) un separador poroso inerte; y
- c) un electrolito;

en donde el electrodo positivo y el electrodo negativo están separados por el separador poroso inerte. En algunas realizaciones adicionales, el dispositivo EDLC comprende una potencia gravimétrica de al menos 15 W/g, una potencia volumétrica de al menos 10 W/cm<sup>3</sup>, una energía gravimétrica de al menos 20,0 Wh/kg o una energía volumétrica de al menos 10,0 Wh/litro.

- 5 En algunas otras realizaciones, el dispositivo EDLC comprende una capacitancia gravimétrica de al menos 25 F/G o una capacitancia volumétrica de al menos 20 F/cm<sup>3</sup> medida mediante una descarga de corriente constante de 2,7 V a 0,1 V con una constante de tiempo de 5 segundos empleando una solución 1,8 M de tetrafluororoborato de tetraetilamonio en electrolito de acetonitrilo y una densidad de corriente de 0,5 A/g.
- 10 En algunas otras realizaciones adicionales del dispositivo EDLC, el contenido de cenizas del material de carbono es inferior al 0,03 %, particularmente inferior al 0,01 %, calculado a partir de los datos de emisión de rayos X inducida por protones, y en algunas otras realizaciones el material de carbono comprende al menos un 95 % de carbono, medido mediante análisis de combustión y emisión de rayos X inducida por protones.
- 15 En algunas otras realizaciones del dispositivo EDLC, el material de carbono comprende menos de 3 ppm de hierro, menos de 1 ppm de níquel, menos de 5 ppm de azufre, menos de 1 ppm de cromo o menos de 1 ppm de cobre, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones.
- 20 En otras realizaciones del dispositivo EDLC, el material de carbono comprende menos de 100 ppm de sodio, menos de 300 ppm de silicio, menos de 100 ppm de calcio, menos de 50 ppm de azufre, menos de 20 ppm de hierro, menos de 10 ppm de níquel, menos de 140 ppm de cobre, menos de 5 ppm de cromo y menos de 5 ppm de zinc, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones.
- 25 En algunas otras realizaciones del dispositivo EDLC, el material de carbono comprende un criogel polimérico ultrapuro activado, y en algunas otras realizaciones del dispositivo EDLC, el material de carbono comprende un área de superficie específica de BET de al menos 1500 m<sup>2</sup>/g, al menos 2000 m<sup>2</sup>/g o al menos 2400 m<sup>2</sup>/g.
- 30 En otras realizaciones particulares, la presente descripción se refiere a una batería, por ejemplo, una batería de litio/carbono, una batería de zinc/carbono, una batería de litio-aire o una batería de plomo-ácido, que comprende un material de carbono amorfó sintético ultrapuro como se describe en la presente memoria. En otras realizaciones, la presente descripción se refiere a un electrodo que comprende un material de carbono amorfó sintético ultrapuro como se describe en la presente memoria. Dichos electrodos son útiles en dispositivos de almacenamiento y distribución eléctricos, tales como EDLC y baterías.
- 35

#### **Breve descripción de los dibujos**

En las figuras, números de referencia idénticos identifican elementos similares.

- 40 Los tamaños y las posiciones relativas de los elementos de las figuras no están necesariamente dibujados a escala y algunos de estos elementos se amplían y colocan arbitrariamente para mejorar la legibilidad de las figuras. Además, las formas particulares de los elementos tal como se dibujan no pretenden transmitir ninguna información con respecto a la forma real de los elementos particulares, y se han seleccionado únicamente para facilitar su reconocimiento en las figuras.
- 45 La figura 1 muestra el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para los criogeles poliméricos ultrapuros RF producidos a partir de un disolvente ácido acético al 100 %.
- 50 La figura 2 representa el volumen de poro creciente frente a la anchura de los poros para criogeles poliméricos ultrapuros RF producidos a partir de un disolvente ácido acético:agua 90:10.
- 55 La figura 3 representa el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para los criogeles poliméricos ultrapuros RF producidos a partir de un disolvente ácido acético:agua 50:50.
- 60 La figura 4 presenta el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para los criogeles poliméricos ultrapuros RF producidos a partir de un disolvente ácido acético:agua 25:75.
- 65 La figura 5 presenta el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para los criogeles poliméricos ultrapuros RF producidos a partir de un disolvente ácido acético:agua 10:90.
- 70 Las figuras 7A y 7B son gráficos del volumen de poro creciente de un criogel polimérico ultrapuro RF y un criogel polimérico ultrapuro RF pirolizado, respectivamente.

Las figuras 8A y 8B son gráficos del volumen de poro creciente de un criogel polimérico ultrapuro RF y un criogel polimérico ultrapuro RF pirolizado, respectivamente.

5 Las figuras 9A y 9B son gráficos del volumen de poro creciente de un criogel polimérico ultrapuro RF y un criogel polimérico ultrapuro RF pirolizado, respectivamente. Las figuras 10A y 10B son gráficos del volumen de poro creciente de un criogel polimérico ultrapuro RF y un criogel polimérico ultrapuro RF pirolizado, respectivamente.

10 Las figuras 11A y 11B son gráficos del volumen de poro creciente de un criogel polimérico ultrapuro RF y un criogel polimérico ultrapuro RF pirolizado, respectivamente.

10 La figura 12 representa el área de superficie específica frente a la pérdida de peso por activación para varios materiales de carbono activado sintéticos ultrapuros.

15 La figura 13 es un gráfico del volumen de poro creciente de un material de carbono activado sintético ultrapuro.

### **Descripción detallada**

20 En la siguiente descripción, se exponen ciertos detalles específicos para proporcionar una comprensión completa de las diversas realizaciones. Sin embargo, un experto en la materia entenderá que la invención puede ponerse en práctica sin estos detalles. En otros casos, las estructuras bien conocidas no se han mostrado ni descrito en detalle para evitar oscurecer innecesariamente las descripciones de las realizaciones. A menos que el contexto exija lo contrario, a lo largo de la memoria descriptiva y las reivindicaciones que siguen, la palabra “comprender” y las variaciones de la misma, tales como “comprende” y “que comprende”, deben interpretarse en un sentido abierto e inclusivo, es decir, como “que incluye, pero sin limitación”.

25 Además, los encabezados proporcionados en la presente memoria son solo por conveniencia y no interpretan el alcance o el significado de la invención reivindicada.

30 La referencia a lo largo de esta memoria descriptiva a “una realización” significa que un rasgo distintivo, estructura o característica particular descrita en relación con la realización se incluye en al menos una realización. Por lo tanto, la aparición de las expresiones “en una realización” en varios lugares a lo largo de esta memoria descriptiva no se refiere necesariamente a la misma realización. Además, los rasgos distintivos, estructuras o características particulares pueden combinarse de cualquier manera adecuada en una o más realizaciones. Además, tal como se usa en esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas, las formas singulares “un/uno”, “una” y “el/la” incluyen referentes plurales a menos que el contenido indique claramente lo contrario. También debe tenerse en cuenta que el término “o” se emplea generalmente en su sentido que incluye “y/o”, a menos que el contenido indique claramente lo contrario.

### **Definiciones**

40 Tal como se usan en la presente memoria, y a menos que el contexto indique lo contrario, los siguientes términos tienen los significados que se especifican a continuación.

45 “Material de carbono” se refiere a un material o sustancia que comprende sustancialmente carbono. Los materiales de carbono incluyen materiales de carbono tanto amorfos como cristalinos. Los ejemplos de materiales de carbono incluyen, pero no se limitan a, carbono activado, geles poliméricos ultrapuros desecados pirolizados, criogeles poliméricos ultrapuros pirolizados, xerogeles poliméricos ultrapuros pirolizados, aerogeles poliméricos ultrapuros desecados activados, criogeles poliméricos ultrapuros activados, xerogeles poliméricos ultrapuros activados y similares.

50 “Amorfo” se refiere a un material, por ejemplo, un material de carbono amorfo, cuyos átomos, moléculas o iones constituyentes están dispuestos aleatoriamente sin un patrón de repetición regular. Los materiales amorfos pueden tener cierta cristalinidad localizada (es decir, regularidad) pero carecen de un orden de largo alcance de las posiciones de los átomos. Los materiales de carbono pirolizado y/o activado son generalmente amorfos.

55 “Cristalino” se refiere a un material cuyos átomos, moléculas o iones constituyentes están dispuestos en un patrón repetitivo ordenado. Los ejemplos de materiales de carbono cristalino incluyen, pero no se limitan a, diamante y grafeno.

60 “Sintética” se refiere a una sustancia que se ha preparado por medios químicos y no a partir de una fuente natural. Por ejemplo, un material de carbono sintético es aquel que se sintetiza a partir de materiales precursores y no se aísla de fuentes naturales.

65 “Impureza” o “elemento de impureza” se refiere a una sustancia extraña (por ejemplo, un elemento) dentro de un material que difiere de la composición química del material base. Por ejemplo, una impureza en un material de carbono sintético ultrapuro o un material de carbono amorfo sintético ultrapuro se refiere a cualquier elemento o combinación

de elementos, distintos del carbono, que está presente en el material de carbono sintético ultrapuro o en el material de carbono amorfo sintético ultrapuro. Los niveles de impureza se expresan normalmente en partes por millón (ppm).

5 La “impureza de PIXE” es cualquier elemento de impureza que tenga un número atómico que varía de 11 a 92 (es decir, entre sodio y uranio). Las expresiones “contenido total de impurezas de PIXE” y “nivel total de impurezas de PIXE” se refieren a la suma de todas las impurezas de PIXE presentes en una muestra, por ejemplo, un gel polimérico ultrapuro, un material de carbono sintético ultrapuro o un material de carbono amorfo sintético ultrapuro. Las concentraciones e identidades de impurezas de PIXE pueden determinarse mediante emisión de rayos X inducida por protones (PIXE).

10 “Ultrapura” se refiere a una sustancia que tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior al 0,050 %. Por ejemplo, un “material de carbono ultrapuro”, un “material de carbono sintético ultrapuro” o un “material de carbono amorfo sintético ultrapuro” es un material de carbono que tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior al 0,050 % (es decir, 500 ppm).

15 15 El “contenido de cenizas” se refiere a la materia inorgánica no volátil que permanece después de someter una sustancia a una temperatura de descomposición alta. En la presente memoria, el contenido de cenizas de un material de carbono se calcula a partir del contenido total de impurezas de PIXE medido mediante emisión de rayos X inducida por protones, suponiendo que los elementos no volátiles se convierten completamente en los productos de combustión esperados (es decir, óxidos).

20 “Polímero” se refiere a una macromolécula compuesta por dos o más unidades repetitivas estructurales.

25 25 “Material precursor polimérico sintético” o “precursor polimérico” se refiere a los compuestos utilizados en la preparación de un polímero sintético. Los ejemplos de precursores poliméricos que pueden usarse en las preparaciones descritas en la presente memoria incluyen, pero no se limitan a, aldehídos (es decir, HC(=O) R, donde R es un grupo orgánico), tales como, por ejemplo, metanal (formaldehído); etanal (acetaldehído); propanal (propionaldehído); butanal (butiraldehído); glucosa; benzaldehído y cinamaldehído. Otros precursores poliméricos ilustrativos incluyen, pero no se limitan a, compuestos fenólicos tales como fenol y polihidroxibencenos, tales como dihidroxibencenos, por ejemplo, resorcinol (es decir, 1,3-dihidroxibenceno), catecol, hidroquinona y floroglucinol. También se contemplan mezclas de dos o más polihidroxibencenos en el sentido de precursor polimérico.

30 30 “Monolítica” se refiere a una estructura sólida y tridimensional que no es de naturaleza particulada. “Sol” se refiere a una suspensión coloidal de partículas precursoras (por ejemplo, precursores poliméricos), y el término “gel” se refiere a una red porosa tridimensional húmeda obtenida por condensación o reacción de las partículas precursoras.

35 35 “Gel polimérico” se refiere a un gel en donde el componente de red es un polímero; generalmente, un gel polimérico es una estructura tridimensional húmeda (de base acuosa o no acuosa) que comprende un polímero formado a partir de precursores sintéticos o precursores poliméricos.

40 40 El “sol-gel” se refiere a una subclase de gel polimérico en donde el polímero es una suspensión coloidal que forma una red porosa tridimensional húmeda obtenida por reacción de los precursores poliméricos.

45 45 “Hidrogel polimérico” o “hidrogel” se refiere a una subclase de gel o gel polimérico en donde el disolvente para los precursores o monómeros sintéticos es agua o mezclas de agua y uno o más disolventes miscibles en agua.

50 50 El “hidrogel polimérico RF” se refiere a una subclase de gel polimérico en donde el polímero se formó a partir de la reacción catalizada de resorcinol y formaldehído en agua o mezclas de agua y uno o más disolventes miscibles en agua.

55 55 “Ácido” se refiere a cualquier sustancia que sea capaz de reducir el pH de una solución. Los ácidos incluyen los ácidos de Arrhenius, Brønsted y Lewis. Un “ácido sólido” se refiere a un compuesto desecado o granular que produce una solución ácida cuando se disuelve en un disolvente. El término “ácido” significa que tiene las propiedades de un ácido.

60 60 “Base” se refiere a cualquier sustancia que sea capaz de elevar el pH de una solución. Las bases incluyen las bases de Arrhenius, Brønsted y Lewis. Una “base sólida” se refiere a un compuesto desecado o granular que produce una solución básica cuando se disuelve en un disolvente. El término “básico” significa que tiene las propiedades de una base.

65 65 “Sistema disolvente mixto” se refiere a un sistema disolvente compuesto por dos o más disolventes, por ejemplo, dos o más disolventes miscibles. Los ejemplos de sistemas de disolventes binarios (es decir, que contienen dos disolventes) incluyen, pero no se limitan a: agua y ácido acético; agua y ácido fórmico; agua y ácido propiónico; agua y ácido butírico y similares. Los ejemplos de sistemas disolventes ternarios (es decir, que contienen tres disolventes) incluyen, pero no se limitan a: agua, ácido acético y etanol; agua, ácido acético y acetona; agua, ácido acético y ácido fórmico; agua, ácido acético y ácido propiónico; y similares. La presente invención contempla todos los sistemas de disolventes mixtos que comprenden dos o más disolventes.

“Miscible” se refiere a la propiedad de una mezcla en donde la mezcla forma una sola fase en ciertos intervalos de temperatura, presión y composición.

El “catalizador” es una sustancia que altera la velocidad de una reacción química.

- 5 Los catalizadores participan en una reacción de forma cíclica, de tal modo que el catalizador se regenera cíclicamente. La presente descripción contempla catalizadores que están exentos de sodio. El catalizador usado en la preparación de un gel polimérico ultrapuro tal como se describe en la presente memoria puede ser cualquier compuesto que facilite la polimerización de los precursores poliméricos para formar un gel polimérico ultrapuro. Un “catalizador volátil” es un catalizador que tiene tendencia a vaporizarse a la presión atmosférica o por debajo de ella. Los ejemplos de catalizadores volátiles incluyen, pero no se limitan a, sales de amonio, tales como bicarbonato de amonio, carbonato de amonio, hidróxido de amonio y combinaciones de los mismos.
- 10 15 “Disolvente” se refiere a una sustancia que disuelve o suspende los reactivos (por ejemplo, precursores de polímeros ultrapuros) y proporciona un medio en donde puede producirse una reacción. Los ejemplos de disolventes útiles en la preparación de los geles, geles poliméricos ultrapuros, materiales de carbono sintéticos ultrapuros y materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros descritos en la presente memoria incluyen, pero no se limitan a, agua, alcoholes y mezclas de los mismos. Los ejemplos de alcoholes incluyen etanol, t-butanol, metanol y mezclas de los mismos. Dichos disolventes son útiles para la disolución de los materiales precursores de polímeros ultrapuros sintéticos, por ejemplo, la disolución de un compuesto fenólico o aldehído. Además, en algunos Tales disolventes son útiles para la disolución s, dichos disolventes se emplean para el intercambio de disolventes en un hidrogel polimérico (antes de la congelación y el secado), en donde el disolvente de la polimerización de los precursores, por ejemplo, resorcinol y formaldehído, se intercambia por un alcohol puro. En una realización de la presente solicitud, se prepara un criogel mediante un proceso que no incluye el intercambio de disolventes.
- 20 25 30 “Gel desecado” o “gel polimérico ultrapuro desecado” se refiere a un gel o gel polimérico ultrapuro, respectivamente, del que se ha eliminado sustancialmente el disolvente, generalmente agua, o una mezcla de agua y uno o más disolventes miscibles en agua. El “gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado” se refiere a un gel polimérico ultrapuro desecado que se ha pirolizado pero aún no se ha activado, mientras que un “gel polimérico ultrapuro desecado activado” se refiere a un gel polimérico ultrapuro desecado que se ha activado.
- 35 “Criogel” se refiere a un gel desecado que se ha secado por liofilización. De manera análoga, un “criogel polimérico ultrapuro” es un gel polimérico ultrapuro desecado que se ha secado por liofilización.
- 40 45 “Criogel RF” o “criogel polimérico ultrapuro RF” se refiere a un gel desecado o gel polimérico ultrapuro desecado, respectivamente, que se ha desecado mediante liofilización en donde el gel o gel polimérico ultrapuro se formó a partir de la reacción catalizada de resorcinol y formaldehído.
- 50 55 El “criogel pirolizado” o “criogel polimérico ultrapuro pirolizado” es un criogel o criogel polimérico ultrapuro, respectivamente, que se ha pirolizado pero aún no se ha activado.
- 60 65 El “criogel activado” o “criogel polimérico ultrapuro activado” es un criogel o criogel polimérico ultrapuro, respectivamente, que se ha activado para obtener material de carbono activado.
- “Xerogel” se refiere a un gel desecado que se ha secado mediante secado al aire, por ejemplo, a presión atmosférica o por debajo de ella. De manera análoga, un “xerogel polimérico ultrapuro” es un gel polimérico ultrapuro desecado que se ha secado al aire.
- El “xerogel pirolizado” o el “xerogel polimérico ultrapuro pirolizado” es un xerogel o xerogel polimérico ultrapuro, respectivamente, que se ha pirolizado pero aún no se ha activado.
- El “xerogel activado” o “xerogel polimérico ultrapuro activado” es un xerogel o xerogel polimérico ultrapuro, respectivamente, que se ha activado para obtener material de carbono activado.
- “Aerogel” se refiere a un gel desecado que se ha secado mediante secado supercrítico, por ejemplo, utilizando dióxido de carbono supercrítico. Análogamente, un “aerogel polimérico ultrapuro” es un gel polimérico ultrapuro desecado que se ha secado mediante secado supercrítico.
- El “aerogel pirolizado” o “aerogel polimérico ultrapuro pirolizado” es un aerogel o aerogel polimérico ultrapuro, respectivamente, que se ha pirolizado pero aún no se ha activado. El “aerogel activado” o “aerogel polimérico ultrapuro activado” es un aerogel o aerogel polimérico ultrapuro, respectivamente, que se ha activado para obtener material de carbono activado.
- El “disolvente de extracción orgánico” se refiere a un disolvente orgánico añadido a un hidrogel polimérico después de que haya comenzado la polimerización de los precursores poliméricos, generalmente después de que se complete la polimerización del hidrogel polimérico.

- La “congelación multidireccional rápida” se refiere al proceso de congelar un gel polimérico creando partículas de gel polimérico a partir de un gel polimérico monolítico y sometiendo dichas partículas de gel polimérico a un medio adecuadamente frío. El medio frío puede ser, por ejemplo, nitrógeno líquido, gas nitrógeno o dióxido de carbono sólido.
- 5 Durante la congelación multidireccional rápida, la nucleación del hielo domina sobre el crecimiento de los cristales de hielo. El medio adecuadamente frío puede ser, por ejemplo, un gas, un líquido o un sólido con una temperatura inferior a aproximadamente -10 °C. Como alternativa, el medio adecuadamente frío puede ser un gas, líquido o sólido con una temperatura inferior a aproximadamente -20 °C. Como alternativa, el medio adecuadamente frío puede ser un gas, líquido o sólido con una temperatura inferior a aproximadamente -30 °C.
- 10 “Activar” y “activación” se refieren al proceso de calentar una materia prima o una sustancia carbonizada/pirolizada a una temperatura de reposo de activación durante la exposición a atmósferas oxidantes (por ejemplo, dióxido de carbono, oxígeno o vapor) para producir una sustancia “activada” (por ejemplo, criogel activado o material de carbono activado). El proceso de activación generalmente tiene como resultado la eliminación de la superficie de las partículas, lo que tiene como resultado un aumento del área de superficie. Como alternativa, la activación se puede lograr por medios químicos, por ejemplo, mediante la impregnación de materiales precursores que contienen carbono con productos químicos tales como ácidos como el ácido fosfórico o bases como el hidróxido de potasio, el hidróxido de sodio o sales como el cloruro de zinc, seguido de carbonización. “Activado” se refiere a un material o sustancia, por ejemplo, un material de carbono sintético ultrapuro o un material de carbono amorfó sintético ultrapuro, que se ha sometido al proceso de activación.
- 15 Los términos “carbonizar”, “pirolizar”, “carbonización” y “pirólisis” se refieren cada uno al proceso de calentamiento de una sustancia que contiene carbono a una temperatura de permanencia de la pirólisis en una atmósfera inerte (por ejemplo, argón o nitrógeno) o en un vacío de modo que el material objetivo recogido al final del proceso sea principalmente carbono. “Pirolizado” se refiere a un material o sustancia, por ejemplo, un material de carbono sintético ultrapuro o un material de carbono amorfó sintético ultrapuro, que se ha sometido al proceso de pirólisis.
- 20 La “temperatura de permanencia” se refiere a la temperatura del horno durante la parte de un proceso que está reservada para mantener una temperatura relativamente constante (es decir, no aumentar ni disminuir la temperatura).
- 25 Por ejemplo, la temperatura de permanencia de la pirólisis se refiere a la temperatura relativamente constante del horno durante la pirólisis, y la temperatura de permanencia de activación se refiere a la temperatura relativamente constante del horno durante la activación.
- 30 “Poro” se refiere a una abertura o depresión en la superficie, o un túnel en un material de carbono, como por ejemplo carbono activado, geles poliméricos ultrapuros desecados pirolizados, criogeles poliméricos ultrapuros pirolizados, xerogeles poliméricos ultrapuros pirolizados, aerogeles poliméricos ultrapuros pirolizados, geles poliméricos ultrapuros desecados activados, criogeles poliméricos ultrapuros activados, aerogeles poliméricos ultrapuros activados y similares. Un poro puede ser un túnel único o estar conectado a otros túneles en una red continua en toda la estructura.
- 35 La “estructura de poros” se refiere a la disposición de la superficie de los poros internos dentro de un material de carbono, tal como un material de carbono activado. Los componentes de la estructura de los poros incluyen el tamaño de los poros, el volumen de los poros, el área de superficie, la densidad, la distribución del tamaño de los poros y la longitud de los poros. En general, la estructura de poros del material de carbono activado comprende microporos y mesoporos.
- 40 45 La “mesoporo” generalmente se refiere a poros que tienen un diámetro entre aproximadamente 2 nanómetros y aproximadamente 50 nanómetros, mientras que el término “microporo” se refiere a poros que tienen un diámetro inferior a aproximadamente 2 nanómetros.
- 50 El “área de superficie” se refiere al área de superficie específica total de una sustancia que se puede medir mediante la técnica BET. El área de superficie se expresa normalmente en unidades de m<sup>2</sup>/g. La técnica BET (Brunauer/Emmett/Teller) emplea un gas inerte, por ejemplo nitrógeno, para medir la cantidad de gas adsorbido en un material y se usa comúnmente en la técnica para determinar el área de superficie accesible de los materiales.
- 55 “Conectado” cuando se usa en referencia a mesoporos y microporos se refiere a la orientación espacial de dichos poros. La “longitud efectiva” se refiere a la parte de la longitud del poro que tiene un diámetro suficiente para que esté disponible para aceptar iones de sal del electrolito.
- 60 65 “Ajustable” se refiere a la capacidad de ajustar hacia arriba o hacia abajo el tamaño de los poros, el volumen de los poros, el área de superficie, la densidad, la distribución del tamaño de los poros, la longitud de los poros o combinaciones de los mismos de uno o ambos de los mesoporos y microporos de un material de carbono. Por ejemplo, la capacidad de ajuste puede referirse al ajuste del tamaño de los poros para adaptarse a los iones electrolíticos específicos, según sea apropiado cuando los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros descritos en la presente memoria se emplean como materiales de electrodos. En algunas realizaciones, se puede ajustar la estructura de poros de un material de carbono sintético ultrapuro o un material de carbono amorfó sintético ultrapuro. Por ejemplo, en la preparación de un material de carbono sintético ultrapuro o un material de carbono amorfó sintético ultrapuro, el

ajuste de la estructura de los poros se puede lograr de varias maneras, que incluyen, pero sin limitación, parámetros variables en la producción de un gel polimérico ultrapuro; parámetros variables en la liofilización del gel polimérico ultrapuro; parámetros variables en la carbonización del criogel polimérico ultrapuro; y variar los parámetros en la activación del criogel polimérico ultrapuro pirolizado.

- 5       “Electrodo” se refiere a un conductor a través del cual la electricidad entra o sale de un objeto, sustancia o región.
- 10      “Aglutinante” se refiere a un material capaz de mantener unidas partículas individuales de carbono de tal modo que, después de mezclar un aglutinante y carbono, la mezcla resultante se pueda formar en láminas, gránulos, discos u otras formas. Los ejemplos no exclusivos de aglutinantes incluyen polímeros fluoroultrapuros, tales como, por ejemplo, PTFE (politetrafluoroetileno, teflón), PFA (resina polimérica ultrapura de perfluoroalcoxi, también conocida como teflón), FEP (etileno propileno fluorado, también conocido como teflón), ETFE (polietilenotetrafluoroetileno, vendido como Tefzel y Fluon), F (fluoruro de polivinilo, vendido como Tedlar), ECTFE (polietilenclorotrifluoroetileno, vendido como Halar), PVDF (fluoruro de polivinilideno, vendido como Kynar), PCTFE (policlorotrifluoroetileno, vendido como KE-i-f y CTFE), trifluoroetanol y combinaciones de la misma.

15      “Inerte” se refiere a un material que no está activo en el electrolito, es decir, que no absorbe una cantidad significativa de iones ni cambia químicamente, por ejemplo, se degrada. “Conductivo” se refiere a la capacidad de un material para conducir electrones mediante la transmisión de electrones de valencia de retención débil.

- 20      “Electrolito” significa una sustancia que contiene iones libres de tal modo que la sustancia es conductora de la electricidad. Los ejemplos de electrolitos incluyen, pero no se limitan a, disolventes tales como carbonato de propileno, carbonato de etileno, carbonato de butileno, carbonato de dimetilo, carbonato de metiletilo, carbonato de dietilo, sulfolano, metilsulfolano, acetonitrilo o mezclas de los mismos en combinación con solutos tales como sales de tetraquilamonio tales como TEA, TFB (tetrafluoroborato de tetraetilamonio), MTEATFB (tetrafluoroborato de metiltrietilamonio), EMITFB (tetrafluoroborato de 1-etil-3-metilimidazolio), sales a base de tetraetilamonio, trietilamonio o mezclas de las mismas. En algunas realizaciones, el electrolito puede ser un ácido a base de agua o un electrolito a base de agua, tal como ácido sulfúrico acuoso suave o hidróxido de potasio acuoso.

30      A. Geles poliméricos ultrapuros y material de carbono sintético ultrapuro

35      En una realización, se proporciona un material de carbono amorfó sintético ultrapuro. Como se ha descrito anteriormente, se sabe que los electrodos que comprenden materiales de carbono que tienen niveles residuales de diversas impurezas (por ejemplo, cloro, azufre, metales, etc.) disminuyen el voltaje de ruptura del electrolito en donde están sumergidos los electrodos. Por lo tanto, estos electrodos deben funcionar a voltajes más bajos y tener una vida útil más corta que los dispositivos que comprenden carbono de mayor pureza. También se cree que las impurezas de los electrodos de carbono contribuyen a la degradación de otros componentes dentro de un EDLC o una batería. Por ejemplo, la membrana porosa que separa los dos electrodos de carbono en un EDLC puede degradarse por el cloro u otras impurezas dentro del electrodo de carbono. Los materiales de carbono sintéticos ultrapuros y los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros descritos en la presente memoria son significativamente más puros que cualquier material de carbono conocido y, por lo tanto, se espera que mejoren el funcionamiento de cualquier número de dispositivos de almacenamiento y/o distribución eléctricos.

40      Esta alta pureza del material de carbono descrito se puede atribuir al proceso sol-gel descrito. Los solicitantes han descubierto que cuando uno o más precursores poliméricos, por ejemplo un compuesto fenólico y un aldehído, se copolimerizan en condiciones ácidas en presencia de un catalizador básico volátil, se produce un gel polimérico ultrapuro. Esto contrasta con otros métodos descritos para la preparación de geles poliméricos que dan como resultado geles poliméricos que comprenden niveles residuales de metales y/u otras impurezas, así como niveles residuales de disolvente de reacción y/o disolvente de extracción.

- 45      50     La preparación de materiales de carbono a partir de estos geles poliméricos impuros, por ejemplo mediante pirólisis y/o activación, da como resultado materiales de carbono que también son impuros.

55      60     A diferencia de los métodos conocidos para la preparación de materiales de carbono, los geles poliméricos ultrapuros descritos permiten la preparación de materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros. Por ejemplo, los geles poliméricos ultrapuros pueden pirolizarse calentándolos en una atmósfera inerte (por ejemplo, nitrógeno) para producir los materiales de carbono descritos que comprenden una alta área de superficie y un alto volumen de poros. Estos materiales de carbono pueden activarse adicionalmente sin el uso de técnicas de activación química, que introducen impurezas, para obtener los materiales de carbono activado ultrapuros descritos. Dichos materiales se pueden utilizar en diversas aplicaciones de almacenamiento y distribución eléctrica.

65      65     Los materiales de carbono preparados mediante el método descrito no solo son ultrapuros, sino que también comprenden propiedades físicas deseables tales como alta porosidad y alta área de superficie. Al igual que con la ultrapureza, la alta porosidad y la alta área de superficie de los materiales de carbono descritos son el resultado del proceso único descrito en la presente memoria. El proceso descrito permite la variación de varios parámetros del proceso para controlar las propiedades físicas de los materiales de carbono. La combinación de ultrapureza, alta

porosidad y alta área de superficie permite la preparación de dispositivos de almacenamiento y distribución eléctricos que tienen propiedades superiores a las de los dispositivos conocidos.

Las propiedades de los geles poliméricos ultrapuros descritos, los materiales de carbono sintéticos ultrapuros y los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros, así como los métodos para su preparación, se analizan con más detalle a continuación.

#### 1. Geles poliméricos ultrapuros

Los geles poliméricos ultrapuros son intermedios en la preparación del material de carbono ultrapuro descrito. Como tal, las propiedades físicas y químicas de los geles poliméricos ultrapuros contribuyen a las propiedades de los materiales de carbono ultrapuros. Por consiguiente, en algunas realizaciones, el gel polimérico ultrapuro es un gel polimérico ultrapuro desecado, por ejemplo, en algunas realizaciones, el gel polimérico ultrapuro desecado es un criogel polimérico ultrapuro. En otras realizaciones, el gel polimérico ultrapuro desecado es un xerogel polimérico ultrapuro o un aerogel polimérico ultrapuro. En algunas realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros se preparan a partir de compuestos fenólicos y compuestos aldehído, por ejemplo, en una realización, los geles poliméricos ultrapuros se pueden producir a partir de resorcinol y formaldehído. En otras realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros se producen en condiciones ácidas. En algunas realizaciones, la acidez se puede proporcionar mediante la disolución de un compuesto ácido sólido, empleando un ácido como disolvente de reacción o empleando un sistema de disolventes mixtos en donde uno de los disolventes es un ácido. La preparación de los geles poliméricos ultrapuros se describe con más detalle a continuación.

El proceso descrito comprende la polimerización para formar un gel polimérico en presencia de un catalizador volátil básico. Por consiguiente, en algunas realizaciones, el gel polimérico ultrapuro comprende una o más sales, por ejemplo, en algunas realizaciones, las una o más sales son sales volátiles básicas. Los ejemplos de sales volátiles básicas incluyen, pero no se limitan a, carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, acetato de amonio, hidróxido de amonio y combinaciones de los mismos. Por consiguiente, en algunas realizaciones, la presente descripción proporciona un gel polimérico ultrapuro que comprende carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, acetato de amonio, hidróxido de amonio o combinaciones de los mismos. En otras realizaciones, el gel polimérico ultrapuro comprende carbonato de amonio. En otras realizaciones adicionales, el gel polimérico ultrapuro comprende acetato de amonio.

En una realización de cualquiera de los aspectos o variaciones descritos en la presente memoria, el gel polimérico ultrapuro está esencialmente exento de t-butanol. Por ejemplo, en un ejemplo, el gel polimérico ultrapuro contiene menos de 1000 ppm de t-butanol, menos de 100 ppm de t-butanol, menos de 10 ppm de t-butanol o menos de 1 ppm de t-butanol.

En otra realización de cualquiera de los aspectos o variaciones descritos en la presente memoria, el gel polimérico ultrapuro está esencialmente exento de acetona. Por ejemplo, en un ejemplo, el gel polimérico ultrapuro contiene menos de 1000 ppm de acetona, menos de 100 ppm de acetona, menos de 10 ppm de acetona o menos de 1 ppm de acetona. Los geles poliméricos ultrapuros comprenden niveles bajos de impurezas. Por lo tanto, en algunas realizaciones, el gel polimérico ultrapuro comprende carbono, hidrógeno y oxígeno y un contenido total de impurezas de PIXE de 1000 ppm o menos. En otras realizaciones, el contenido total de impurezas de PIXE del gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 800 ppm, inferior a 500 ppm, inferior a 300 ppm, inferior a 200 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 25 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm o inferior a 1 ppm.

Los geles poliméricos ultrapuros también pueden comprender un bajo contenido de cenizas, lo que puede contribuir al bajo contenido de cenizas de un material de carbono ultrapuro preparado a partir de los mismos. Por lo tanto, en algunas realizaciones, el contenido de cenizas del gel polimérico ultrapuro varía del 0,1 % al 0,001 %. En otras realizaciones, el contenido de cenizas del gel polimérico ultrapuro es inferior al 0,1 %, inferior al 0,08 %, inferior al 0,05 %, inferior al 0,03 %, inferior al 0,025 %, inferior al 0,01 %, inferior al 0,0075 %, inferior al 0,005 % o inferior al 0,001 %.

En otras realizaciones, el gel polimérico ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 500 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,08 %. En una realización adicional, el gel polimérico ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 300 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,05 %. En otra realización adicional, el gel polimérico ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 200 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,02 %. En otra realización adicional, el gel polimérico ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 200 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,01 %.

Como se ha indicado anteriormente, los geles poliméricos que comprenden impurezas generalmente producen materiales de carbono que también comprenden impurezas. Por consiguiente, un aspecto de la presente descripción es un gel polimérico ultrapuro con pocas impurezas residuales. La cantidad de impurezas de PIXE individuales presentes en el gel polimérico ultrapuro se puede determinar mediante emisión de rayos X inducida por protones. En algunas realizaciones, el nivel de sodio presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 500 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de magnesio presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de aluminio presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas

realizaciones, el nivel de silicio presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 500 ppm, inferior a 300 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de fósforo presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de azufre presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 30 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de cloro presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de potasio presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de calcio presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de cromo presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 4 ppm, inferior a 3 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones, el nivel de hierro presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 50 ppm, inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 4 ppm, inferior a 3 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones, el nivel de níquel presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 4 ppm, inferior a 3 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas otras realizaciones, el nivel de cobre presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 140 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 40 ppm, inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 4 ppm, inferior a 3 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones adicionales, el nivel de zinc presente en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones, la suma de todas las impurezas de PIXE, excluyendo sodio, magnesio, aluminio, silicio, fósforo, azufre, cloro, potasio, calcio, cromo, hierro, níquel, cobre y zinc, presentes en el gel polimérico ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 500 ppm, inferior a 300 ppm, inferior a 200 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 25 ppm, inferior a 10 ppm o inferior más de 1 ppm. Como se indicó anteriormente, en algunas realizaciones, otras impurezas tales como hidrógeno, oxígeno y/o nitrógeno pueden estar presentes en niveles que varían de menos del 10 % a menos del 0,01 %.

En algunas realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros comprenden impurezas de PIXE cerca o por debajo del límite de detección del análisis de emisión de rayos X inducida por protones. Por ejemplo, en algunas realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros comprenden menos de 50 ppm de sodio, menos de 15 ppm de magnesio, menos de 10 ppm de aluminio, menos de 8 ppm de silicio, menos de 4 ppm de fósforo, menos de 3 ppm de azufre, menos de 3 ppm de cloro, menos de 2 ppm de potasio, menos de 3 ppm de calcio, menos de 2 ppm de escandio, menos de 1 ppm de titanio, menos de 1 ppm de vanadio, menos de 0,5 ppm de cromo, menos de 0,5 ppm de manganeso, menos de 0,5 ppm de hierro, menos de 0,25 ppm de cobalto, menos de 0,25 ppm de níquel, menos de 0,25 ppm de cobre, menos de 0,5 ppm zinc, menos de 0,5 ppm de galio, menos de 0,5 ppm de germanio, menos de 0,5 ppm de arsénico, menos de 0,5 ppm de selenio, menos de 1 ppm de bromo, menos de 1 ppm de rubidio, menos de 1,5 ppm de estroncio, menos de 2 ppm de ítrio, menos de 3 ppm de circonio, menos de 2 ppm de niobio, menos de 4 ppm de molibdeno, menos de 4 ppm de tecnecio, menos de 7 ppm de rubidio, menos de 6 ppm de rodio, menos de 6 ppm de paladio, menos de 9 ppm de plata, menos de 6 ppm de cadmio, menos de 6 ppm de indio, menos de 5 ppm de estaño, menos de 6 ppm de antimonio, menos de 6 ppm de telurio, menos de 5 ppm de yodo, menos de 4 ppm de cesio, menos de 4 ppm de bario, menos de 3 ppm de lantano, menos de 3 ppm de cerio, menos de 2 ppm de praseodimio, menos de 2 ppm de neodimio, menos de 1,5 ppm de prometio, menos de 1 ppm de samario, menos de 1 ppm de europio, menos de 1 ppm de gadolinio, menos de 1 ppm de terbio, menos de 1 ppm de dispropasio, menos de 1 ppm de holmio, menos de 1 ppm de erbio, menos de 1 ppm de tulio, menos de 1 ppm de iterbio, menos de 1 ppm de lutecio, menos de 1 ppm de hafnio, menos de 1 ppm de tantalio, menos de 1 ppm de tungsteno, menos de 1,5 ppm de renio, menos de 1 ppm de osmio, menos de 1 ppm de iridio, menos de 1 ppm de platino, menos de 1 ppm de plata, menos de 1 ppm de mercurio, menos de 1 ppm de talio, menos de 1 ppm de plomo, menos de 1,5 ppm de bismuto, menos de 2 ppm de torio o menos de 4 ppm de uranio. En algunas realizaciones específicas, el gel polimérico ultrapuro comprende menos de 100 ppm de sodio, menos de 300 ppm de silicio, menos de 50 ppm de azufre, menos de 100 ppm de calcio, menos de 20 ppm de hierro, menos de 10 ppm de níquel, menos de 40 ppm de cobre, menos de 5 ppm de cromo y menos de 5 ppm de zinc. En otras realizaciones específicas, el gel polimérico ultrapuro comprende menos de 50 ppm de sodio, menos de 100 ppm de silicio, menos de 30 ppm de azufre, menos de 50 ppm de calcio, menos de 10 ppm de hierro, menos de 5 ppm de níquel, menos de 20 ppm de cobre, menos de 2 ppm de cromo y menos de 2 ppm de zinc.

En otras realizaciones específicas, el gel polimérico ultrapuro comprende menos de 50 ppm de sodio, menos de 50 ppm de silicio, menos de 30 ppm de azufre, menos de 10 ppm de calcio, menos de 2 ppm de hierro, menos de 1 ppm de níquel, menos de 1 ppm de cobre, menos de 1 ppm de cromo y menos de 1 ppm de zinc.

En algunas otras realizaciones específicas, el gel polimérico ultrapuro comprende menos de 100 ppm de sodio, menos de 50 ppm de magnesio, menos de 50 ppm de aluminio, menos de 10 ppm de azufre, menos de 10 ppm de cloro, menos de 10 ppm de potasio, menos de 1 ppm de cromo y menos de 1 ppm de manganeso.

El método descrito produce un gel polimérico ultrapuro que comprende un área de superficie específica alta. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que el área de superficie del gel polimérico ultrapuro contribuye, al menos en parte, a las propiedades deseables del área de superficie de los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros. El área de superficie se puede medir usando la técnica BET bien conocida por los expertos en la materia. En una realización de cualquiera de los aspectos descritos en la presente memoria, el gel polimérico ultrapuro tiene

un área de superficie específica de BET de al menos 150 m<sup>2</sup>/g, al menos 250 m<sup>2</sup>/g, al menos 400 m<sup>2</sup>/g, al menos 500 m<sup>2</sup>/g, al menos 600 m<sup>2</sup>/g o al menos 700 m<sup>2</sup>/g.

En una realización, el gel polimérico ultrapuro tiene un área de superficie específica de BET de 100 m<sup>2</sup>/g a 1000 m<sup>2</sup>/g. Como alternativa, el gel polimérico ultrapuro tiene un área de superficie específica de BET de entre 150 m<sup>2</sup>/g y 700 m<sup>2</sup>/g. Como alternativa, el gel polimérico ultrapuro tiene un área de superficie específica de BET de entre 400 m<sup>2</sup>/g y 700 m<sup>2</sup>/g.

En una realización, el gel polimérico ultrapuro tiene una densidad aparente de 0,10 g/cm<sup>3</sup> a 0,60 g/cm<sup>3</sup>. En una realización, el gel polimérico ultrapuro tiene una densidad aparente de 0,15 g/cm<sup>3</sup> a 0,25 g/cm<sup>3</sup>. En una realización de la presente descripción, el gel polimérico ultrapuro tiene un área de superficie específica de BET de al menos 150 m<sup>2</sup>/g y una densidad aparente inferior a 0,60 g/cm<sup>3</sup>. Como alternativa, el gel polimérico ultrapuro tiene un área de superficie específica de BET de al menos 250 m<sup>2</sup>/g y una densidad aparente inferior a 0,4 g/cm<sup>3</sup>. En otra realización, el gel polimérico ultrapuro tiene un área de superficie específica de BET de al menos 500 m<sup>2</sup>/g y una densidad aparente inferior a 0,30 g/cm<sup>3</sup>.

En otra realización de cualquiera de los aspectos o variaciones descritos en la presente memoria, el gel polimérico ultrapuro comprende un contenido de agua residual inferior al 15 %, inferior al 13 %, inferior al 10 %, inferior al 5 % o inferior al 1 %.

En una realización, el gel polimérico ultrapuro tiene una fracción volumétrica de poros igual o inferior a 100 nm que comprende al menos el 50 % del volumen total de poros, al menos el 75 % del volumen total de poros, al menos el 90 % del volumen total de poros o al menos el 99 % del volumen total de poros. En otra realización, el gel polimérico ultrapuro tiene una fracción volumétrica de poros igual o inferior a 20 nm que comprende al menos el 50 % del volumen total de poros, al menos el 75 % del volumen total de poros, al menos el 90 % del volumen total de poros o al menos el 99 % del volumen total de poros.

En una realización, el gel polimérico ultrapuro tiene una fracción de área de superficie de poros igual o inferior a 100 nm que comprende al menos el 50 % de la superficie porosa total, al menos el 75 % de la superficie porosa total, al menos el 90 % de la superficie porosa total o al menos el 99 % de la superficie porosa total. En otra realización, el gel polimérico ultrapuro tiene una fracción de área de superficie de poros igual o inferior a 20 nm que comprende al menos el 50 % del área de la superficie total de los poros, al menos el 75 % del área de la superficie total de los poros, al menos el 90 % de la superficie total de los poros o al menos el 99 % del área de la superficie total de los poros.

Los geles poliméricos ultrapuros se pueden preparar mediante la polimerización de uno o más precursores poliméricos en un sistema disolvente apropiado en condiciones catalíticas. Por consiguiente, en una realización, el gel polimérico ultrapuro se prepara mezclando uno o más disolventes miscibles, uno o más compuestos fenólicos, uno o más aldehídos y uno o más catalizadores. Por ejemplo, en una realización adicional, el gel polimérico ultrapuro se prepara mezclando agua, ácido acético, resorcinol, formaldehído y acetato de amonio. La preparación de geles poliméricos ultrapuros se describe con más detalle a continuación.

## 2. Material de carbono sintético ultrapuro

Como se ha indicado anteriormente, esta invención se refiere a un material de carbono sintético que es ultrapuro (es decir, menos de 500 ppm del total de impurezas de PIXE) y amorfo. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que la pureza y las propiedades de los materiales de carbono son una función de su método de preparación, y la variación de los parámetros de preparación puede producir materiales de carbono que tengan diferentes propiedades. Por consiguiente, en algunas realizaciones, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro es un gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado, por ejemplo, un criogel polimérico ultrapuro pirolizado, un xerogel polimérico ultrapuro pirolizado o un aerogel polimérico ultrapuro pirolizado. En otras realizaciones, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro está activado (es decir, un material de carbono activado sintético ultrapuro). Por ejemplo, en otras realizaciones, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro es un gel polimérico ultrapuro desecado activado, un criogel polimérico ultrapuro activado, un xerogel polimérico ultrapuro activado o un aerogel polimérico ultrapuro activado.

El material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende un contenido total de impurezas de PIXE bajo. Por lo tanto, en algunas realizaciones, el contenido total de impurezas de PIXE en el material de carbono amorfo sintético ultrapuro (medido mediante emisión de rayos X inducida por protones) es inferior a 1000 ppm. En otras realizaciones, el contenido total de impurezas de PIXE en el material de carbono sintético ultrapuro o el material de carbono amorfo sintético ultrapuro es inferior a 800 ppm, inferior a 500 ppm, inferior a 300 ppm, inferior a 200 ppm, inferior a 150 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 25 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones de lo anterior, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro es un gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado, un criogel polimérico ultrapuro pirolizado, un xerogel polimérico ultrapuro pirolizado, un aerogel polimérico ultrapuro pirolizado, un gel polimérico ultrapuro desecado activado, un criogel polimérico ultrapuro activado, un xerogel polimérico ultrapuro activado o un ultrapuro activado. aerogel polimérico puro. Además del bajo contenido de impurezas de PIXE, los materiales de carbono descritos comprenden un alto contenido de carbono total. Además del carbono, el material de carbono sintético ultrapuro y el material de carbono amorfo sintético ultrapuro también pueden comprender oxígeno, hidrógeno y nitrógeno. En algunas realizaciones, el material de carbono sintético ultrapuro o el

material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende al menos un 85 % de carbono, al menos un 90 % de carbono, al menos un 95 % de carbono, al menos un 96 % de carbono, al menos un 97 % de carbono, al menos un 98 % de carbono o al menos un 99 % de carbono en relación peso/peso. En algunas otras realizaciones, el material de carbono sintético ultrapuro o el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos del 10 % de oxígeno, menos del 5 % de oxígeno, menos del 3,0 % de oxígeno, menos del 2,5 % de oxígeno, menos del 1 % de oxígeno o menos del 0,5 % de oxígeno en relación peso/peso. En otras realizaciones, el material de carbono sintético ultrapuro o el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos del 10 % de hidrógeno, menos del 5 % de hidrógeno, menos del 2,5 % de hidrógeno, menos del 1 % de hidrógeno, menos del 0,5 % de hidrógeno o menos del 0,1 % de hidrógeno en relación peso/peso. En otras realizaciones, el material de carbono sintético ultrapuro o el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos del 5 % de nitrógeno, menos del 2,5 % de nitrógeno, menos del 1 % de nitrógeno, menos del 0,5 % de nitrógeno, menos del 0,25 % de nitrógeno o menos del 0,01 % de nitrógeno en relación peso/peso. El contenido de oxígeno, hidrógeno y nitrógeno de los materiales de carbono descritos se puede determinar mediante análisis de combustión. Las técnicas para determinar la composición elemental mediante análisis de combustión son bien conocidas en la materia.

El contenido total de cenizas de un material de carbono puede, en algunos casos, tener un efecto sobre el rendimiento electroquímico de un material de carbono. Por consiguiente, en algunas realizaciones, el contenido de cenizas del material de carbono amorfó sintético ultrapuro varía del 0,1 % al 0,001 %, por ejemplo, en algunas realizaciones específicas, el contenido de cenizas del material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior al 0,1 %, inferior al 0,08 %, inferior al 0,05 %, inferior al 0,03 %, al 0,025 %, inferior al 0,01 %, inferior al 0,0075 %, inferior al 0,005 % o inferior al 0,001 %.

En otras realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 500 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,08 %. En otras realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 300 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,05 %. En otras realizaciones adicionales, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 200 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,05 %. En otras realizaciones adicionales, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 200 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,025 %. En otras realizaciones adicionales, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 100 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,02 %. En otras realizaciones adicionales, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro tiene un contenido total de impurezas de PIXE inferior a 50 ppm y un contenido de cenizas inferior al 0,01 %.

La cantidad de impurezas de PIXE individuales presentes en los materiales de carbono descritos puede determinarse mediante emisión de rayos X inducida por protones. Las impurezas de PIXE individuales pueden contribuir de diferentes maneras al rendimiento electroquímico global de los materiales de carbono descritos. Por lo tanto, en algunas realizaciones, el nivel de sodio presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 500 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de magnesio presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de aluminio presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de silicio presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 500 ppm, inferior a 300 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de fósforo presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de azufre presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 30 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de cloro presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de potasio presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones, el nivel de calcio presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas realizaciones, el nivel de cromo presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 4 ppm, inferior a 3 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones, el nivel de hierro presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 50 ppm, inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 4 ppm, inferior a 3 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones, el nivel de níquel presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 4 ppm, inferior a 3 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En algunas otras realizaciones, el nivel de cobre presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 140 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 40 ppm, inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 4 ppm, inferior a 3 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones adicionales, el nivel de zinc presente en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 20 ppm, inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a 1 ppm. En otras realizaciones adicionales, la suma de todas las impurezas de PIXE, excluyendo sodio, magnesio, aluminio, silicio, fósforo, azufre, cloro, potasio, calcio, cromo, hierro, níquel, cobre y zinc, presentes en el material de carbono amorfó sintético ultrapuro es inferior a 1000 ppm, inferior a 500 ppm, inferior a 300 ppm, inferior a 200 ppm, inferior a 100 ppm, inferior a 50 ppm, inferior a 25 ppm, inferior a 10 ppm o menos de

1 ppm. Como se indicó anteriormente, en algunas realizaciones, otras impurezas tales como hidrógeno, oxígeno y/o nitrógeno pueden estar presentes en niveles que varían de menos del 10 % a menos del 0,01 %.

En algunas realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende impurezas de PIXE cerca o por debajo del límite de detección del análisis de emisión de rayos X inducida por protones. Por ejemplo, en algunas

- 5 realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos de 50 ppm de sodio, menos de 15 ppm de magnesio, menos de 10 ppm de aluminio, menos de 8 ppm de silicio, menos de 4 ppm de fósforo, menos de 3 ppm de azufre, menos de 3 ppm de cloro, menos de 2 ppm de potasio, menos de 3 ppm de calcio, menos de 2 ppm de escandio, menos de 1 ppm de titanio, menos de 1 ppm de vanadio, menos de 0,5 ppm de cromo, menos de 0,5 ppm de manganeso, menos de 0,5 ppm de hierro, menos de 0,25 ppm de cobalto, menos de 0,25 ppm de níquel, menos de 0,25 ppm de cobre, menos de 0,5 ppm de zinc, menos de 0,5 ppm de galio, menos de 0,5 ppm de germanio, menos de 0,5 ppm de arsénico, menos de 0,5 ppm de selenio, menos de 1 ppm de bromo, menos de 1 ppm de rubidio, menos de 1,5 ppm de estroncio, menos de 2 ppm de itrio, menos de 3 ppm de circonio, menos de 2 ppm de niobio, menos de 4 ppm de molibdeno, menos de 4 ppm de tecnecio, menos de 7 ppm de rubidio, menos de 6 ppm de rodio, menos de 6 ppm de paladio, menos de 9 ppm de plata, menos de 6 ppm de cadmio, menos de 6 ppm de indio, menos de 5 ppm de estaño, menos de 6 ppm de antimonio, menos de 6 ppm de telurio, menos de 5 ppm de yodo, menos de 4 ppm de cesio, menos de 4 ppm de bario, menos de 3 ppm de lantano, menos de 3 ppm de cerio, menos de 2 ppm de praseodimio, menos de 2 ppm de neodimio, menos de 1,5 ppm de prometio, menos de 1 ppm de samario, menos de 1 ppm de europio, menos de 1 ppm de gadolinio, menos de 1 ppm de terbio, menos de 1 ppm de dispropasio, menos de 1 ppm de holmio, menos de 1 ppm de erbio, menos de 1 ppm de tulio, menos de 1 ppm de iterbio, menos de 1 ppm de lutecio, menos de 1 ppm de hafnio, menos de 1 ppm de tantalio, menos de 1 ppm de tungsteno, menos de 1,5 ppm de renio, menos de 1 ppm de osmio, menos de 1 ppm de iridio, menos de 1 ppm de platino, menos de 1 ppm de plata, menos de 1 ppm de mercurio, menos de 1 ppm de talio, menos de 1 ppm de plomo, menos de 1,5 ppm de bismuto, menos de 2 ppm de torio o menos de 4 ppm de uranio.

- 25
- 30 En algunas realizaciones específicas, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos de 100 ppm de sodio, menos de 300 ppm de silicio, menos de 50 ppm de azufre, menos de 100 ppm de calcio, menos de 20 ppm de hierro, menos de 10 ppm de níquel, menos de 140 ppm de cobre, menos de 5 ppm de cromo y menos de 5 ppm de zinc, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones. En otras realizaciones específicas, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos de 50 ppm de sodio, menos de 30 ppm de azufre, menos de 100 ppm de silicio, menos de 50 ppm de calcio, menos de 10 ppm de hierro, menos de 5 ppm de níquel, menos de 20 ppm de cobre, menos de 2 ppm de cromo y menos de 2 ppm de zinc.

- 35
- 40 En otras realizaciones específicas, el material de carbono amorfó sintético comprende menos de 50 ppm de sodio, menos de 50 ppm de silicio, menos de 30 ppm de azufre, menos de 10 ppm de calcio, menos de 2 ppm de hierro, menos de 1 ppm de níquel, menos de 1 ppm de cobre, menos de 1 ppm de cromo y menos de 1 ppm de zinc.

- 45
- 50 En algunas otras realizaciones específicas, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende menos de 100 ppm de sodio, menos de 50 ppm de magnesio, menos de 50 ppm de aluminio, menos de 10 ppm de azufre, menos de 10 ppm de cloro, menos de 10 ppm de potasio, menos de 1 ppm de cromo y menos de 1 ppm de manganeso.

- 55 Los materiales de carbono descritos comprenden una alta área de superficie. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que una superficie tan alta puede contribuir a la alta densidad de energía obtenida de los dispositivos que comprenden el material de carbono amorfó sintético ultrapuro. En consecuencia, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende un área de superficie específica de BET de al menos 1000 m<sup>2</sup>/g, al menos 1500 m<sup>2</sup>/g, al menos 2000 m<sup>2</sup>/g, al menos 2400 m<sup>2</sup>/g, al menos 2500 m<sup>2</sup>/g, al menos 2750 m<sup>2</sup>/g o al menos 3000 m<sup>2</sup>/g. Por ejemplo, en algunas realizaciones de lo anterior, se activa el material de carbono sintético ultrapuro o el material de carbono amorfó sintético ultrapuro.

- 60
- 65
- 70
- 75
- 80
- 85
- 90
- 95
- 100
- 105
- 110
- 115
- 120
- 125
- 130
- 135
- 140
- 145
- 150
- 155
- 160
- 165
- 170
- 175
- 180
- 185
- 190
- 195
- 200
- 205
- 210
- 215
- 220
- 225
- 230
- 235
- 240
- 245
- 250
- 255
- 260
- 265
- 270
- 275
- 280
- 285
- 290
- 295
- 300
- 305
- 310
- 315
- 320
- 325
- 330
- 335
- 340
- 345
- 350
- 355
- 360
- 365
- 370
- 375
- 380
- 385
- 390
- 395
- 400
- 405
- 410
- 415
- 420
- 425
- 430
- 435
- 440
- 445
- 450
- 455
- 460
- 465
- 470
- 475
- 480
- 485
- 490
- 495
- 500
- 505
- 510
- 515
- 520
- 525
- 530
- 535
- 540
- 545
- 550
- 555
- 560
- 565
- 570
- 575
- 580
- 585
- 590
- 595
- 600
- 605
- 610
- 615
- 620
- 625
- 630
- 635
- 640
- 645
- 650
- 655
- 660
- 665
- 670
- 675
- 680
- 685
- 690
- 695
- 700
- 705
- 710
- 715
- 720
- 725
- 730
- 735
- 740
- 745
- 750
- 755
- 760
- 765
- 770
- 775
- 780
- 785
- 790
- 795
- 800
- 805
- 810
- 815
- 820
- 825
- 830
- 835
- 840
- 845
- 850
- 855
- 860
- 865
- 870
- 875
- 880
- 885
- 890
- 895
- 900
- 905
- 910
- 915
- 920
- 925
- 930
- 935
- 940
- 945
- 950
- 955
- 960
- 965
- 970
- 975
- 980
- 985
- 990
- 995
- 1000

En otras realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende una fracción volumétrica de poros igual o inferior a 20 nm que comprende al menos el 50 % del volumen total de poros, al menos el 75 % del volumen total de poros, al menos el 90 % del volumen total de poros o al menos el 99 % del volumen total de poros.

- 5 En otra realización, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende una fracción de área de superficie de poros igual o inferior a 100 nm que comprende al menos el 50 % del área de la superficie total de los poros, al menos el 75 % del área de la superficie total de los poros, al menos el 90 % del área de la superficie total de los poros o al menos el 99 % del área de la superficie total de los poros. En otra realización, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro comprende una fracción de área de superficie de poros igual o inferior a 20 nm que comprende al menos el 50 % del área de la superficie total de los poros, al menos el 75 % del área de la superficie total de los poros, al menos el 90 % del área de la superficie total de los poros o al menos el 99 % del área de la superficie total de los poros.

10 En otra realización de la presente descripción, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro se prepara mediante un método descrito en la presente memoria, por ejemplo, en algunas realizaciones, el material de carbono amorfó sintético ultrapuro se prepara mediante un método que comprende pirolizar un gel polimérico ultrapuro desecado como se describe en la presente memoria. En algunas realizaciones, el gel polimérico ultrapuro pirolizado se activa adicionalmente para obtener un material de carbono amorfó sintético ultrapuro. Los métodos para la preparación de los materiales de carbono descritos se describen con más detalle a continuación.

20 B. Preparación de materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros

25 En una realización, se proporciona un método para preparar nuevos geles poliméricos ultrapuros. En otra realización, se proporciona un método para preparar materiales de carbono sintéticos ultrapuros, por ejemplo, en algunas realizaciones, el material de carbono sintético ultrapuro es un material de carbono amorfó sintético ultrapuro. Dichos geles poliméricos ultrapuros y materiales de carbono sintéticos ultrapuros no se pueden obtener mediante los métodos descritos anteriormente. En algunas realizaciones adicionales, se proporciona un método para preparar materiales de carbono activado sintéticos ultrapuros, por ejemplo, materiales de carbono activado amorfó sintéticos ultrapuros. Los detalles de los parámetros variables del proceso de las diversas realizaciones de los métodos descritos se describen a continuación.

30 1. Preparación de geles poliméricos ultrapuros

35 Los geles poliméricos ultrapuros se pueden preparar mediante un proceso de sol-gel. Por ejemplo, el gel polimérico ultrapuro se puede preparar copolimerizando uno o más precursores poliméricos en un disolvente apropiado. En una realización, el uno o más precursores poliméricos se copolimerizan en condiciones ácidas. Un primer precursor polimérico es un compuesto fenólico y un segundo precursor polimérico es un compuesto aldehído. En una realización del método, el compuesto fenólico es resorcinol, catecol, hidroquinona, floroglucinol, fenol o una combinación de los mismos; y el compuesto aldehído es formaldehído, acetaldehído, propionaldehído, butiraldehído, benzaldehído, cinamaldehído o una combinación de los mismos. En una realización adicional, el compuesto fenólico es resorcinol, fenol o una combinación de los mismos, y el compuesto aldehído es formaldehido. En otras realizaciones, el compuesto fenólico es resorcinol y el compuesto aldehído es formaldehído.

40 El proceso de polimerización sol-gel se realiza generalmente en condiciones catalíticas. Por consiguiente, en algunas realizaciones, la preparación del gel polimérico ultrapuro comprende copolimerizar uno o más precursores poliméricos en presencia de un catalizador. En algunas realizaciones, el catalizador comprende un catalizador volátil básico. Por ejemplo, en una realización, el catalizador volátil básico comprende carbonato de amonio, bicarbonato de amonio, acetato de amonio, hidróxido de amonio o combinaciones de los mismos. En una realización adicional, el catalizador volátil básico es carbonato de amonio. En otra realización adicional, el catalizador volátil básico es acetato de amonio.

45 50 La relación molar entre catalizador y compuesto fenólico puede tener un efecto sobre las propiedades finales del gel polimérico ultrapuro, así como sobre las propiedades finales de los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros preparados a partir del mismo. Por lo tanto, en algunas realizaciones, dichos catalizadores se usan en el intervalo de proporciones molares de 10:1 a 2000:1 compuesto fenólico: catalizador. En algunas realizaciones, dichos catalizadores se pueden usar en el intervalo de proporciones molares de 20:1 a 200:1 de compuesto fenólico: catalizador. Por ejemplo, en otras realizaciones, dichos catalizadores se pueden usar en el intervalo de proporciones molares de 25:1 a 100:1 de compuesto fenólico: catalizador.

55 60 65 El disolvente de reacción es otro parámetro del proceso que puede variarse para obtener las propiedades deseadas de los geles poliméricos ultrapuros y los materiales sintéticos de carbono amorfó. En algunas realizaciones, el disolvente para la preparación del gel polimérico ultrapuro es un sistema disolvente mixto de agua y un codisolvente miscible. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, el disolvente comprende un ácido miscible en agua. Los ejemplos de ácidos miscibles en agua incluyen, pero no se limitan a, ácido propiónico, ácido acético y ácido fórmico. En otras realizaciones, el disolvente comprende una proporción de ácido miscible con agua de 99:1, 90:10, 75:25, 50:50, 25:75, 10:90 o 1:90. En otras realizaciones, la acidez se proporciona añadiendo un ácido sólido al disolvente de reacción. En algunas otras realizaciones de lo anterior, el disolvente para la preparación del gel polimérico ultrapuro es ácido. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, el disolvente comprende ácido acético. Por ejemplo, en una realización, el disolvente

5 es ácido acético al 100 %. En otras realizaciones, se proporciona un sistema de disolvente mixto, en donde uno de los disolventes es ácido. Por ejemplo, en una realización del método, el disolvente es un disolvente binario que comprende ácido acético y agua. En otras realizaciones, el disolvente comprende una proporción entre ácido acético y agua de 99:1, 90:10, 75:25, 50:50, 25:75, 10:90 o 1:90. En otras realizaciones, la acidez se proporciona añadiendo un ácido sólido al disolvente de reacción.

10 Algunas realizaciones del método descrito no comprenden una etapa de intercambio de disolvente (por ejemplo, intercambiar t-butanol por agua) antes de la liofilización. Por ejemplo, en una realización de cualquiera de los métodos descritos en la presente memoria, antes de la congelación, las partículas de gel polimérico ultrapuro o gel polimérico ultrapuro se enjuagan con agua. En una realización, el diámetro promedio de dichas partículas de gel polimérico ultrapuro antes de la congelación es inferior a 25 mm, por ejemplo, entre 0,001 mm y 25 mm; como alternativa, el diámetro promedio de dichas partículas de gel polimérico ultrapuro antes de la congelación está entre 0,01 mm y 15 mm, por ejemplo, entre 1,0 mm y 15 mm. En algunos ejemplos, las partículas de gel polimérico ultrapuro están entre 1 mm y 10 mm. En otras realizaciones, las partículas de gel polimérico ultrapuro se congelan mediante inmersión 15 en un medio que tiene una temperatura inferior a aproximadamente -10 °C, por ejemplo, inferior a aproximadamente -20 °C o, como alternativa, inferior a aproximadamente -30 °C. Por ejemplo, el medio puede ser nitrógeno líquido o etanol (u otro disolvente orgánico) en hielo seco o etanol enfriado por otros medios. En algunas realizaciones, el secado al vacío comprende someter las partículas congeladas a una presión de vacío inferior a aproximadamente 186,65 Pa (1400 mTorr).

20 También se contemplan otros métodos para congelar rápidamente las partículas de gel polimérico ultrapuro. En otra realización, el gel polimérico ultrapuro se congela rápidamente combinando o mezclando físicamente partículas de gel polimérico ultrapuro con un sólido frío adecuado, por ejemplo, hielo seco (dióxido de carbono sólido). Otro método consiste en utilizar un congelador rápido con una placa metálica a -60 °C para eliminar rápidamente el calor de las 25 partículas de gel polimérico ultrapuro esparcidas por su superficie. Un tercer método para enfriar rápidamente el agua en una partícula de gel polimérico ultrapuro consiste en congelar instantáneamente la partícula arrastrando un alto vacío muy rápidamente (el grado de vacío es tal que la temperatura correspondiente a la presión de vapor de equilibrio permite la congelación). Otro método más para la congelación rápida comprende mezclar un gel polimérico ultrapuro con un gas adecuadamente frío. En algunas realizaciones, el gas frío puede tener una temperatura inferior a 30 aproximadamente -10 °C. En algunas realizaciones, el gas frío puede tener una temperatura inferior a aproximadamente -20 °C. En algunas realizaciones, el gas frío puede tener una temperatura inferior a aproximadamente -30 °C. En otras realizaciones adicionales, el gas puede tener una temperatura de aproximadamente -196 °C. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el gas es nitrógeno.

35 En otras realizaciones, las partículas de gel polimérico ultrapuro se congelan en una bandeja del liofilizador a una temperatura de -20 °C o inferior. Por ejemplo, en algunas realizaciones, las partículas de gel polimérico ultrapuro se congelan en la bandeja del liofilizador a una temperatura de -30 °C o inferior. En algunas otras realizaciones, el monolito de gel polimérico ultrapuro se somete a un ciclo de congelación-descongelación (de temperatura ambiente a -20 °C o inferior y de nuevo a temperatura ambiente), a una alteración física del gel liofilizado para crear partículas y, 40 a continuación, a un procesamiento de liofilización adicional. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el monolito de gel polimérico ultrapuro se somete a un ciclo de congelación-descongelación (de temperatura ambiente a -30 °C o inferior y de nuevo a temperatura ambiente), a una alteración física del gel liofilizado para crear partículas y, a continuación, a un procesamiento de liofilización adicional.

45 En algunas realizaciones de los métodos descritos en la presente memoria, la relación molar entre el precursor fenólico y el catalizador es de aproximadamente 10:1 a aproximadamente 2000:1 o la relación molar entre el precursor fenólico y el catalizador es de aproximadamente 20:1 a aproximadamente 200:1. En realizaciones adicionales, la relación molar entre el precursor fenólico y el catalizador es de aproximadamente 25:1 a aproximadamente 100:1. En realizaciones adicionales, la relación molar entre el precursor fenólico y el catalizador es de aproximadamente 25:1 a 50 aproximadamente 50:1. En realizaciones adicionales, la relación molar entre el precursor fenólico y el catalizador es de aproximadamente 100:1 a aproximadamente 50:1.

55 En la realización específica en donde uno de los precursores poliméricos es resorcinol y otro precursor polimérico es formaldehído, la relación entre resorcinol y catalizador se puede variar para obtener las propiedades deseadas del gel polimérico ultrapuro resultante y de los materiales de carbono amorfos sintéticos. En algunas realizaciones de los métodos descritos en la presente memoria, la relación molar entre resorcinol y catalizador es de aproximadamente 10:1 a aproximadamente 2000:1 o la relación molar entre resorcinol y catalizador es de aproximadamente 20:1 a 60 aproximadamente 200:1. En realizaciones adicionales, la relación molar entre resorcinol y catalizador es de aproximadamente 25:1 a aproximadamente 100:1. En realizaciones adicionales, la relación molar entre resorcinol y catalizador es de aproximadamente 25:1 a aproximadamente 50:1. En realizaciones adicionales, la relación molar entre resorcinol y catalizador es de aproximadamente 100:1 a aproximadamente 50:1.

65 La polimerización para formar un gel polimérico ultrapuro se puede lograr por diversos medios descritos en la técnica. Por ejemplo, la polimerización se puede lograr incubando materiales precursores poliméricos adecuados en presencia de un catalizador adecuado durante un período de tiempo. El tiempo de polimerización puede ser un período que oscila entre minutos u horas y días, dependiendo de la temperatura (cuanto mayor sea la temperatura, más rápida

- será la velocidad de reacción y, en consecuencia, menor será el tiempo requerido). La temperatura de polimerización puede variar desde la temperatura ambiente hasta una temperatura cercana (pero inferior) al punto de ebullición de la solución de partida. Por ejemplo, la temperatura puede variar de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 90 °C. En la realización específica en donde un precursor polimérico es resorcinol y un precursor polimérico es formaldehído, la temperatura puede variar de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 100 °C, normalmente de aproximadamente 25 °C a aproximadamente 90 °C. En algunas realizaciones, la polimerización se puede lograr mediante la incubación de materiales precursores de polímeros sintéticos adecuados en presencia de un catalizador durante al menos 24 horas a aproximadamente 90 °C. En general, la polimerización se puede realizar entre aproximadamente 6 y aproximadamente 24 horas a aproximadamente 90 °C, por ejemplo, entre aproximadamente 18 y aproximadamente 24 horas a aproximadamente 90 °C.
- Los materiales precursores poliméricos descritos en la presente memoria incluyen (a) alcoholes, compuestos fenólicos y otros compuestos mono o polihidroxilados y (b) aldehídos, cetonas y combinaciones de los mismos. Los alcoholes representativos en este contexto incluyen alcoholes saturados e insaturados de cadena lineal y ramificada. Los compuestos fenólicos adecuados incluyen polihidroxibenceno, tal como un dihidroxi o trihidroxibenceno. Los polihidroxibencenos representativos incluyen resorcinol (es decir, 1,3-dihidroxibenceno), catecol, hidroquinona y floroglucinol. También se pueden usar mezclas de dos o más polihidroxibencenos. También se puede usar fenol (monohidroxi benceno).
- Los compuestos polihidroxilados representativos incluyen azúcares, tales como glucosa, y otros polioles, tales como manitol. Los aldehídos en este contexto incluyen: aldehídos saturados de cadena lineal tales como metanal (formaldehído), etanal (acetaldehído), propanal (propionaldehído), butanal (butiraldehído) y similares; aldehídos insaturados de cadena lineal tales como etenona y otras cetenas, 2-propenal (acrilaldehído), 2-butenal (crotonaldehído), 3-butenal y similares; aldehídos saturados e insaturados ramificados; y aldehídos de tipo aromático tales como benzaldehído, salicinaldehído, hidrocinnamaldehído y similares. Las cetonas adecuadas incluyen: cetonas saturadas de cadena lineal tales como propanona y 2-butanona, y similares; cetonas insaturadas de cadena lineal tales como propenona, 2-butenona y 3-butenona (metilvinilcetona) y similares; cetonas saturadas e insaturadas ramificadas; y cetonas de tipo aromático tales como metilbencilcetona (fenilacetona), etilbencilcetona y similares. Los materiales precursores poliméricos ultrapuros también pueden ser combinaciones de los precursores descritos anteriormente.
- En algunas realizaciones, un precursor polimérico es una especie que contiene alcohol y otro precursor polimérico es una especie que contiene carbonilo. Las cantidades relativas de especies que contienen alcohol (por ejemplo, alcoholes, compuestos fenólicos y compuestos mono o polihidroxilados o combinaciones de los mismos) que reaccionan con las especies que contienen carbonilo (por ejemplo, aldehídos, cetonas o combinaciones de los mismos) pueden variar sustancialmente. En algunas realizaciones, la relación entre las especies que contienen alcohol y las especies de aldehído se selecciona de modo que los moles totales de grupos alcoholes reactivos en las especies que contienen alcohol sean aproximadamente los mismos que los moles totales de grupos carbonilo reactivos en las especies de aldehído. De manera similar, la relación entre las especies que contienen alcohol y las especies cetónicas puede seleccionarse de modo que los moles totales de grupos alcoholes reactivos en las especies que contienen alcohol sean aproximadamente los mismos que los moles totales de grupos carbonilo reactivos en las especies cetónicas. La misma relación molar general de 1:1 es válida cuando la especie que contiene carbonilo comprende una combinación de una especie de aldehído y una especie de cetona.
- El contenido total de sólidos en la solución acuosa antes de la formación del gel polimérico ultrapuro puede variarse. La relación en peso entre resorcinol y agua es de aproximadamente 0,05 a 1 a aproximadamente 0,70 a 1. Como alternativa, la relación entre resorcinol y agua es de aproximadamente 0,15 a 1 a aproximadamente 0,6 a 1. Como alternativa, la relación entre resorcinol y agua es de aproximadamente 0,15 a 1 a aproximadamente 0,35 a 1. Como alternativa, la relación entre resorcinol y agua es de aproximadamente 0,25 a 1 a aproximadamente 0,5 a 1. Como alternativa, la relación entre resorcinol y agua es de aproximadamente 0,3 a 1 a aproximadamente 0,4 a 1.
- Los ejemplos de disolventes útiles en la preparación de los geles poliméricos ultrapuros descritos en la presente memoria incluyen, pero no se limitan a, agua o alcohol tal como, por ejemplo, etanol, t-butanol, metanol o mezclas de estos, opcionalmente además con agua. Dichos disolventes son útiles para la disolución de los materiales precursores poliméricos, por ejemplo, la disolución del compuesto fenólico. Además, en algunos procedimientos, dichos disolventes se emplean para el intercambio de disolventes en el gel polimérico ultrapuro (antes de la congelación y el secado), en donde el disolvente de la polimerización ultrapura de los precursores, por ejemplo, resorcinol y formaldehído, se intercambia por un alcohol puro. En una realización de la presente solicitud, se prepara un gel polimérico ultrapuro mediante un proceso que no incluye el intercambio de disolventes.
- Los catalizadores adecuados en la preparación de geles poliméricos ultrapuros incluyen catalizadores básicos volátiles que facilitan la polimerización de los materiales precursores en un polímero ultrapuro monolítico. El catalizador también puede comprender varias combinaciones de los catalizadores descritos anteriormente. En las realizaciones que comprenden compuestos fenólicos, dichos catalizadores se pueden usar en el intervalo de relaciones molares de 20:1 a 200:1 de compuesto fenólico:catalizador. Por ejemplo, en algunas realizaciones específicas, dichos catalizadores se pueden usar en el intervalo de relaciones molares de compuesto fenólico:catalizador de 25:1 a 100:1.

## 2. Creación de partículas de gel polimérico ultrapuro

Un gel polimérico ultrapuro monolítico puede romperse físicamente para crear partículas más pequeñas según diversas técnicas conocidas en la materia. Las partículas de gel polimérico ultrapuro resultantes generalmente tienen

5 un diámetro promedio inferior a aproximadamente 30 mm, por ejemplo, en el intervalo de tamaño de aproximadamente 1 mm a aproximadamente 25 mm, o entre aproximadamente 1 mm a aproximadamente 5 mm o entre aproximadamente 0,5 mm y aproximadamente 10 mm. Como alternativa, el tamaño de las partículas de gel polimérico ultrapuro puede estar en el intervalo por debajo de aproximadamente 1 mm, por ejemplo, en el intervalo de tamaño de aproximadamente 10 a 1000 micrómetros. Las técnicas para crear partículas de gel polimérico ultrapuro a partir de 10 material monolítico incluyen métodos de disruptión manuales o mecánicos, tales como tamizar, triturar, moler o combinaciones de los mismos. Dichos métodos son bien conocidos por los expertos en la materia. Se pueden emplear varios tipos de molinos en este contexto, tales como molinos de rodillos, perlas y bolas y trituradoras rotativas y equipos de creación de partículas similares conocidos en la técnica.

15 En una realización específica, se emplea un molino de rodillos. Un molino de rodillos tiene tres etapas para reducir gradualmente el tamaño de las partículas de gel. Los geles poliméricos ultrapuros son generalmente muy frágiles para un material "húmedo" y no están húmedos al tacto.

20 En consecuencia, se fresan fácilmente utilizando este enfoque, sin embargo, la extensión de cada etapa debe establecerse de manera adecuada para lograr la malla final deseada. Este ajuste se realiza y valida para cada combinación de receta de gel y tamaño de malla. Cada gel se muele pasándolo a través de un tamiz de tamaño de malla conocido. Las partículas tamizadas se pueden almacenar temporalmente en recipientes sellados.

25 En una realización, se emplea una trituradora rotativa. La trituradora rotativa tiene un tamaño de malla de tamiz de aproximadamente 3,17 mm (1/8 pulgadas). En otra realización, la trituradora rotativa tiene un tamaño de malla de tamiz de aproximadamente 9,51 mm (3/8 pulgadas). En otra realización, la trituradora rotativa tiene un tamaño de malla de tamiz de aproximadamente 16,0 mm (5/8 pulgadas). En otra realización, la trituradora rotativa tiene un tamaño de malla de tamiz de aproximadamente 9,51 mm (3/8 pulgadas).

30 La molienda se puede realizar a temperatura ambiente según métodos bien conocidos por los expertos en la materia. Como alternativa, la molienda se puede realizar criogénicamente, por ejemplo, moliendo conjuntamente el gel polimérico ultrapuro con partículas sólidas de dióxido de carbono (hielo seco). En esta realización, las dos etapas de (a) crear partículas a partir del gel polimérico ultrapuro monolítico y (b) congelar rápida y multidireccionalmente el gel polimérico ultrapuro se llevan a cabo en un único proceso.

## 35 3. Congelación rápida de geles poliméricos ultrapuros

Una vez que las partículas de gel polimérico ultrapuro se forman a partir del gel polimérico ultrapuro monolítico, la congelación de las partículas de gel polimérico ultrapuro se lleva a cabo rápidamente y de manera multidireccional, tal como se ha descrito con más detalle anteriormente. La congelación lenta y unidireccional, por ejemplo, mediante congelación en bandeja en un liofilizador, da como resultado un material desecado que tiene un área de superficie muy baja, como se evidencia en un ejemplo de la presente memoria. De manera similar, la congelación instantánea (es decir, la congelación que se logra enfriando rápidamente las partículas de gel polimérico ultrapuro mediante un vacío profundo) también da como resultado un material desecado que tiene un área de superficie baja. Como se describe en la presente memoria, la congelación rápida de manera multidireccional se puede lograr bajando rápidamente la temperatura del material hasta al menos aproximadamente -10 °C o inferior, por ejemplo, -20 °C o inferior, o por ejemplo, hasta al menos aproximadamente -30 °C o inferior. La congelación rápida de las partículas de gel polimérico ultrapuro crea una fina estructura cristalina de hielo dentro de las partículas debido a la nucleación generalizada de los cristales de hielo, pero deja poco tiempo para el crecimiento de los cristales de hielo. Esto proporciona una alta área de superficie específica entre los cristales de hielo y la matriz de hidrocarburos, que está necesariamente excluida de la matriz de hielo.

55 El concepto de congelación extremadamente rápida para promover la nucleación frente al crecimiento de los cristales se puede aplicar a sistemas de disolventes mixtos. En una realización, a medida que el sistema de disolventes mixtos se enfria rápidamente, el componente disolvente que predomina se cristalizará a su temperatura de fusión en equilibrio, con un aumento de la concentración del (de los) codisolvente(s) y una consiguiente disminución adicional del punto de congelación. A medida que la temperatura se reduce aún más, aumenta la cristalización del disolvente predominante y la concentración del (de los) codisolvente(s) hasta que se alcanza la composición eutéctica, punto en donde la composición eutéctica experimenta la transición de líquido a sólido sin concentración adicional de componentes ni enfriamiento del producto hasta que se logra la congelación completa. En el caso específico del agua y el ácido acético (que como sustancias puras presentan puntos de congelación de 0 °C y 17 °C, respectivamente), la composición eutéctica está compuesta por aproximadamente un 59 % de ácido acético y un 41 % de agua y se congela a aproximadamente -27 °C. Por consiguiente, en una realización, el sistema disolvente mixto es la composición eutéctica, por ejemplo, en una realización, el sistema disolvente mixto comprende un 59 % de ácido acético y un 41 % de agua.

#### 4. Secado de geles poliméricos ultrapuros

En una realización, las partículas de gel polimérico ultrapuro congeladas que contienen una matriz de hielo fina se liofilizan en condiciones diseñadas para evitar el colapso del material y para mantener una estructura de superficie fina y la porosidad en el producto desecado.

Los detalles de las condiciones de la liofilización se proporcionan en la presente memoria. En general, el secado se lleva a cabo en condiciones en donde la temperatura del producto se mantiene por debajo de una temperatura que, de otro modo, provocaría el colapso de los poros del producto, lo que permite que el material desecado retenga un área de superficie extremadamente alta. Una ventaja de tener un área de superficie extremadamente alta en el producto desecado es la utilidad mejorada del gel polimérico ultrapuro para la fabricación de condensadores, dispositivos de almacenamiento de energía y otras aplicaciones relacionadas con la energía. Las diferentes aplicaciones de gel polimérico ultrapuro requieren variaciones en la distribución del tamaño de los poros, como diferentes niveles de volumen de microporos, volumen de mesoporos, área de superficie y tamaño de poro. Al ajustar los diversos parámetros de procesamiento del gel polimérico ultrapuro, se pueden alcanzar altos volúmenes de poro en muchos tamaños de poro diferentes, según la aplicación deseada.

La estructura del material de carbono final se refleja en la estructura del gel polimérico desecado ultrapuro que, a su vez, se establece mediante las propiedades del gel polimérico ultrapuro. Estas características se pueden crear en el gel polimérico ultrapuro usando un enfoque de procesamiento sol-gel como se describe en la presente memoria, pero si no se tiene cuidado en la eliminación del disolvente, entonces la estructura no se conserva. Es interesante conservar la estructura original del gel polimérico ultrapuro y modificar su estructura, basándose la formación de cristales de hielo en el control del proceso de congelación. En algunas realizaciones, antes del secado, el contenido acuoso del gel polimérico ultrapuro está en el intervalo de aproximadamente el 50 % a aproximadamente el 99 %. En ciertas realizaciones, tras el secado, el contenido acuoso del criogel polimérico ultrapuro es de aproximadamente el 10 %, como alternativa inferior a aproximadamente el 5 % o inferior a aproximadamente el 2,5 %.

Los datos de calorimetría diferencial de barrido (DSC) de un hidrogel polimérico ultrapuro demuestran un gran evento exotérmico a -18 °C. Estos datos concuerdan con la congelación del agua dentro de un poro de ~4 nm de radio. Estos hallazgos indican que la congelación extremadamente rápida a los efectos de la presente solicitud no solo constituye una velocidad de congelación rápida, sino también que el grado de disminución es tal que el material se sitúa por debajo de al menos -18 °C.

Los datos de DSC también demuestran que, al calentarse, hay un comportamiento endotérmico amplio y complejo, con un inicio de aproximadamente -13 °C y un punto medio de aproximadamente -10 °C. Parece haber una transición térmica a aproximadamente -2 °C y una fusión final a aproximadamente +1 °C. Los diversos eventos pueden corresponder a la fusión de diferentes tipos de microestructuras. Los datos sugieren que para evitar la pérdida de la estructura fina del producto en estado congelado, la temperatura del producto durante el secado inicial (por ejemplo, primario) debe mantenerse por debajo de -13 °C. Esto se logra, por ejemplo, en una etapa de secado en donde la transferencia de calor durante el secado primario está dominada por la convección más que por la conducción, por lo que la temperatura del producto durante la sublimación corresponderá a la temperatura del hielo en equilibrio con la presión de la cámara.

Una presión en la cámara del liofilizador de aproximadamente 2250 micrómetros da como resultado una temperatura de secado primario en el producto de secado de aproximadamente -10 °C. El secado a una presión de cámara de aproximadamente 2250 micrómetros o en una cámara inferior proporciona una temperatura del producto durante el secado primario que no es superior a aproximadamente -10 °C. Como ilustración adicional, una presión de cámara de aproximadamente 1500 micrómetros da como resultado una temperatura de secado primario en el producto de secado de aproximadamente -15 °C. El secado a una presión de cámara de aproximadamente 1500 micrómetros o inferior proporciona una temperatura del producto durante el secado primario que no es superior a aproximadamente -15 °C. Como ilustración adicional, una presión de cámara de aproximadamente 750 micrómetros da como resultado una temperatura de secado primario en el producto de secado de aproximadamente -20 °C. El secado a una presión de cámara de 750 micrómetros o inferior proporciona una temperatura del producto durante el secado primario que no es superior a aproximadamente -20 °C. Como ilustración adicional, una presión de cámara de aproximadamente 300 micrómetros da como resultado una temperatura de secado primario en el producto de secado de aproximadamente -30 °C. El secado a una presión de cámara de 300 micrómetros o inferior proporciona una temperatura del producto durante el secado primario que no es superior a aproximadamente -30 °C.

#### 5. Pirólisis y activación de geles poliméricos ultrapuros

En otra realización, se proporciona un método para fabricar un material de carbono activado sintético ultrapuro, por ejemplo, un material de carbono amorfo activado sintético ultrapuro, que comprende la pirólisis y la activación de un gel polimérico desecado descrito en la presente memoria. En algunas realizaciones de la presente descripción, se proporciona un material de carbono activado sintético ultrapuro o un material de carbono amorfo activado sintético ultrapuro que tiene un área de superficie específica de al menos 1000 m<sup>2</sup>/g, al menos 1500 m<sup>2</sup>/g, al menos 2000 m<sup>2</sup>/g, al menos 2400 m<sup>2</sup>/g, al menos 2500 m<sup>2</sup>/g o al menos 3000m<sup>2</sup>/g.

- Generalmente, en el proceso de pirólisis, los geles poliméricos ultrapuros desecados se pesan y se colocan en un horno rotatorio. La rampa de temperatura se establece a 5 °C por minuto, se establecen el tiempo de permanencia y la temperatura de permanencia; el enfriamiento está determinado por la velocidad de enfriamiento natural del horno. Todo el proceso se lleva a cabo normalmente en una atmósfera inerte, tal como un entorno de nitrógeno. A continuación, las muestras pirolizadas se retiran y se pesan. Los expertos en la materia conocen bien otros procesos de pirólisis.
- En algunas realizaciones, el tiempo de permanencia en la pirólisis (el período de tiempo durante el cual la muestra está a la temperatura deseada) es de aproximadamente 0 minutos a aproximadamente 120 minutos, de aproximadamente 0 minutos a aproximadamente 60 minutos, de aproximadamente 0 minutos a aproximadamente 30 minutos, de aproximadamente 0 minutos a aproximadamente 10 minutos, de aproximadamente 0 a 5 minutos o de aproximadamente 0 a 1 minuto.
- La pirólisis también se puede llevar a cabo más lentamente que lo descrito anteriormente. Por ejemplo, en una realización, la pirólisis se lleva a cabo en aproximadamente 120 a 480 minutos. En otras realizaciones, la pirólisis se lleva a cabo en aproximadamente 120 a 240 minutos.
- En algunas realizaciones, la temperatura de permanencia de la pirólisis oscila entre aproximadamente 650 °C y 1800 °C. En otras realizaciones, la temperatura de permanencia de la pirólisis varía de aproximadamente 700 °C a aproximadamente 1200 °C. En otras realizaciones, la temperatura de permanencia de la pirólisis varía de aproximadamente 850 °C a aproximadamente 1050 °C. En otras realizaciones, la temperatura de permanencia de la pirólisis varía de aproximadamente 800 °C a aproximadamente 900 °C.
- En algunas realizaciones, la temperatura de permanencia de la pirólisis varía durante el transcurso de la pirólisis. En una realización, la pirólisis se lleva a cabo en un horno rotatorio con zonas de calentamiento distintas separadas, la temperatura de cada zona se reduce secuencialmente desde la entrada hasta el extremo de salida del tubo del horno rotatorio. En una realización, la pirólisis se lleva a cabo en un horno rotatorio con zonas de calentamiento distintas separadas, la temperatura de cada zona se incrementa secuencialmente desde el extremo de entrada hasta el extremo de salida del tubo del horno rotatorio. En una realización, el extremo de entrada de la zona de calentamiento se establece en 690 °C, el centro de la zona de calentamiento se establece en 750 °C y el extremo de salida de la zona de calentamiento se establece en 850 °C.
- Tanto el tiempo de activación como la temperatura de activación tienen un gran impacto en el rendimiento del material de carbono activado resultante, así como en el coste de fabricación del mismo. El aumento de la temperatura de activación y el tiempo de permanencia de la activación da como resultado porcentajes de activación más altos, que generalmente corresponden a la eliminación de más material en comparación con temperaturas más bajas y tiempos de permanencia más cortos. La temperatura de activación también puede alterar la estructura de los poros del carbono, donde las temperaturas más bajas dan como resultado más carbono microporoso y las temperaturas más altas dan como resultado una mesoporosidad. Esto es el resultado de la reacción limitada por difusión del gas de activación que se produce a temperaturas más altas y de las reacciones impulsadas por la cinética de reacción que se producen a temperaturas más bajas. Un porcentaje de activación más alto a menudo aumenta el rendimiento del carbono activado final, pero también aumenta el costo al reducir el rendimiento general. Mejorar el nivel de activación corresponde a lograr un producto de mayor rendimiento a un costo menor.
- Los geles poliméricos ultrapuros pirolizados pueden activarse poniendo en contacto el gel polimérico ultrapuro pirolizado con un agente activador. Muchos gases son adecuados para la activación, por ejemplo, gases que contienen oxígeno. Los ejemplos no limitantes de gases activadores incluyen dióxido de carbono, monóxido de carbono, vapor y oxígeno.
- Los agentes activadores también pueden incluir productos químicos corrosivos tales como ácidos, bases o sales (por ejemplo, ácido fosfórico, hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, cloruro de zinc, etc.). Los expertos en la materia conocen otros agentes activadores.
- En algunas realizaciones, el tiempo de activación es de entre 1 minuto y 48 horas. En otras realizaciones, el tiempo de activación es de entre 1 minuto y 24 horas. En otras realizaciones, el tiempo de activación es de entre 5 minutos y 24 horas. En otras realizaciones, el tiempo de activación es de entre 1 hora y 24 horas. En otras realizaciones, el tiempo de activación es de entre 12 horas y 24 horas. En algunas otras realizaciones, el tiempo de activación es de entre 30 minutos y 4 horas. En algunas realizaciones adicionales, el tiempo de activación es de entre 1 hora y 2 horas.
- Generalmente, en el proceso de activación, las muestras se pesan y se colocan en un horno rotatorio, para lo cual el colector de control de gas automatizado está configurado para aumentar a una velocidad de 20 °C por minuto. El dióxido de carbono se introduce en el entorno del horno durante un período de tiempo una vez que se ha alcanzado la temperatura de activación adecuada. Una vez que se ha producido la activación, el dióxido de carbono se sustituye por nitrógeno y el horno se enfriá. Las muestras se pesan al final del proceso para evaluar el nivel de activación. Los expertos en la materia conocen bien otros procesos de activación. En algunas de las realizaciones descritas en la presente memoria, las temperaturas de activación pueden variar de 800 °C a 1300 °C. En otra realización, las temperaturas de activación pueden variar de 800 °C a 1050 °C. En otra realización, las temperaturas de activación

pueden variar de aproximadamente 850 °C a aproximadamente 950 °C. Un experto en la materia reconocerá que se pueden emplear otras temperaturas de activación, más bajas o más altas.

5 El grado de activación se mide en términos del porcentaje en masa del gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado que se pierde durante la etapa de activación. En una realización de los métodos descritos en la presente memoria, la activación comprende un grado de activación del 5 % al 90 %; o un grado de activación del 10 % al 80 %; en algunas realizaciones, la activación comprende un grado de activación del 40 % al 70 %, o un grado de activación del 45 % al 65 %.

10 10 En los métodos descritos en la presente memoria para la producción de materiales de carbono activado sintético ultrapuro de alta superficie, el gel polimérico ultrapuro está diseñado para producir un material que ya es altamente poroso y contiene dentro de su estructura polimérica ultrapura una estructura carbonoica que, cuando se piroliza y se activa, producirá un material de carbono activado que contiene una mezcla específica de mesoporos y microporos. Al producir un gel polimérico ultrapuro con la mezcla específica adecuada de mesoporos y microporos, se reduce la cantidad de activación requerida, lo que mejora el rendimiento y reduce los costes. Además, la capacidad de ajustar las propiedades (por ejemplo, el tamaño de los poros) de los productos intermedios introduce un grado de capacidad de ajuste que no se ha logrado mediante un enfoque más tradicional de pirolizar y sobreactivar el material de carbono existente. Por ejemplo, la manipulación de las variables de procesamiento de los productos intermedios tal como se describe en la presente memoria tiene un impacto más importante en la nanoestructura de carbono final que los métodos tradicionales de ajuste de las variables de pirólisis y activación.

15 20 Se ha demostrado la capacidad de aumentar la escala de un enfoque de fabricación tal como se describe en la presente memoria para satisfacer la alta demanda esperada de los materiales de carbono activado descritos en la presente memoria. Se pueden identificar tres partes del proceso: 1) polimerización ultrapura a partir de materiales poliméricos ultrapuros precursores; 2) liofilización; y 3) pirólisis/activación. En una realización, cada una de estas etapas puede escalarse empleando el equipo de fabricación estándar de tres industrias existentes, por ejemplo, las empresas químicas especializadas que trabajan con adhesivos y epoxis; proveedores de productos farmacéuticos y de liofilización relacionados con los alimentos; y fabricantes de carbono activado de baja calidad, respectivamente. Se ha demostrado que la cantidad de catalizador y el porcentaje de agua en el sol inicial tienen un impacto significativo 25 30 en el rendimiento final del material de carbono activado (por ejemplo, cuando se usa en un supercondensador). La gran cantidad de variables del proceso y la interacción entre estas variables permiten un refinamiento continuo del proceso y permiten cierto control sobre la estructura final del carbono. En consecuencia, en una realización, la presente descripción proporciona un refinamiento de las variables del proceso. Los refinamientos descritos dan como resultado 35 la capacidad de ejercer control sobre la estructura final del carbono de una manera que antes era inalcanzable.

35 40 El enfoque más común para refinar las variables de proceso utilizadas en la técnica es mantener constantes todas las variables excepto una y determinar el efecto de variar ese parámetro. Como alternativa, y como se describe en la presente memoria, se usó la combinación de métodos de análisis estadístico, el software DFE Pro y un enfoque de diseño factorial de experimentos para variar sistemáticamente múltiples parámetros simultáneamente para obtener un proceso optimizado para preparar material de carbono activado. Al utilizar este enfoque, se evalúa el impacto de cada una de estas variables en una variedad de métricas diferentes (por ejemplo, área de superficie, densidad, volumen de poros, etc.) relacionadas con la estructura del material de carbono activado. Cuando el material de carbono activado sintético ultrapuro se emplea en un supercondensador, se pueden evaluar métricas de rendimiento adicionales. Por ejemplo, se pueden evaluar la capacitancia, la densidad y la densidad de potencia.

#### 45 C. Caracterización de geles poliméricos ultrapuros y materiales de carbono sintéticos ultrapuros

50 55 Las propiedades estructurales del material final de carbono activado sintético ultrapuro, el material de carbono amorfo activado sintético ultrapuro, los geles poliméricos desecados y los geles poliméricos ultrapuros pirolizados, pero inactivados, se pueden medir usando la sorción de nitrógeno a -256,15 °C (17 K), un método conocido por los expertos en la materia. El rendimiento y las características finales del material de carbono activado sintético ultrapuro acabado son importantes, pero los productos intermedios (tanto el gel polimérico ultrapuro desecado como el gel polimérico ultrapuro pirolizado, pero no activado) también pueden evaluarse, particularmente desde el punto de vista del control de calidad, como saben los expertos en la materia. El Micrometrics ASAP 2020 se utiliza para realizar análisis detallados de microporos y mesoporos, que revelan la distribución del tamaño de los poros de 0,35 nm a 50 nm. El sistema produce una isoterma de nitrógeno a partir de una presión de 10<sup>-7</sup> atm, lo que permite distribuciones de tamaño de poro de alta resolución en el intervalo inferior a 1 nm. Los informes generados por el software utilizan un método de teoría funcional de la densidad (DFT) para calcular propiedades como las distribuciones del tamaño de los poros, las distribuciones del área de superficie, el área de superficie total, el volumen total de los poros y el volumen de los poros dentro de ciertos intervalos de tamaño de los poros.

60 65 En algunas realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros pirolizados tienen un área de superficie de aproximadamente 100 a aproximadamente 1200 m<sup>2</sup>/g. En otras realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros pirolizados tienen un área de superficie de aproximadamente 500 a aproximadamente 800 m<sup>2</sup>/g. En otras realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros pirolizados tienen un área de superficie de aproximadamente 500 a aproximadamente 600 m<sup>2</sup>/g.

En algunas realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros pirolizados tienen una densidad aparente de aproximadamente 1 a aproximadamente 1,0 cm<sup>3</sup>/g. En otras realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros pirolizados tienen una densidad aparente de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 0,6 cm<sup>3</sup>/g. En otras realizaciones, los geles poliméricos ultrapuros pirolizados tienen una densidad aparente de aproximadamente 0,35 a aproximadamente 0,45 cm<sup>3</sup>/g.

#### D. Ajuste del tamaño de los poros y otras propiedades de los geles poliméricos ultrapuros

- 10 Los materiales de carbono ultrapuros amorfos descritos sintetizados a partir de precursores sintéticos bien caracterizados son diferentes del carbono activado de fuentes naturales tales como carbono, brea, cocos, etc. Esto se debe en parte al hecho de que pueden ajustarse tanto en la estructura como en la química de los microporos y mesoporos mediante controles de procesamiento cuidadosamente diseñados y ejecutados previamente. Además, un material de carbono amorfó超rapuro tal como se describe en la presente memoria puede contener una estructura porosa que puede optimizarse para una aplicación determinada (por ejemplo, cuando se usa en un supercondensador u otro dispositivo de almacenamiento de energía). Con la capacidad de ajustar la nanoestructura del carbono, se logra un rendimiento que supera los datos de rendimiento actuales de los carbonos activados tradicionales. Las variables importantes incluyen una alta área de superficie accesible, microporos cortos para la difusión de sales electrolíticas y la minimización del volumen de poros desperdiciado para mejorar la capacitancia específica.
- 15
- 20 La manipulación de las variables del proceso permite la producción de materiales de carbono activado sintéticos ultrapuros que tienen propiedades que se adaptan a la aplicación deseada. Por consiguiente, en una realización, se proporciona un método para optimizar las variables del proceso para la producción de geles poliméricos ultrapuros, geles poliméricos ultrapuros desecados, geles poliméricos ultrapuros pirolizados y materiales de carbono activado sintético ultrapuro. Un enfoque para la optimización de los parámetros del proceso comprende una estrategia de diseño de experimentos. Con esta estrategia, se puede estudiar la influencia de múltiples variables del proceso (por ejemplo, hasta 8 variables) con relativamente pocos experimentos. Los datos obtenidos del diseño de experimentos se pueden utilizar para manipular variables del proceso para obtener propiedades específicas en los geles poliméricos ultrapuros, los geles poliméricos ultrapuros desecados, los geles poliméricos ultrapuros pirolizados y los criogelos poliméricos ultrapuros activados. Por ejemplo, en algunas realizaciones, los parámetros del proceso que se manipulan para obtener las características deseadas del producto se seleccionan de: Relación resorcinal/catalizador, relación resorcinal/agua, tamaño de partícula en la etapa de congelación, temperatura de enfriamiento, tiempo de pirólisis, temperatura de pirólisis, temperatura de activación y tiempo de activación y combinaciones de los mismos.
- 25
- 30
- 35 En algunas realizaciones, se utiliza un conjunto de celdas de prueba electroquímica con un catión de tetrametilamonio (TMA). Mientras que el ion tetraetilamonio (TEA) tiene 0,69 nm de diámetro, el ion tetrametilamonio tiene solo 0,57 nm de diámetro. Cada catión se empareja con un anión tetrafloroborato (TFB) que tiene un diámetro de 0,46 nm. Los tamaños de estos diversos iones arrojan algo de luz sobre los intervalos de tamaño de poro descritos anteriormente. Mientras los microporos sean cortos y no tortuosos, admiten iones más pequeños que el diámetro de los poros. Una forma de aumentar la capacitancia y la densidad de energía es permitiendo que los iones entren en tantos poros como sea posible en la red de carbono. Por ejemplo, los poros menores de 0,5 nm admiten el anión TFB, pero ninguno de los cationes TEA o TMA. Los poros entre 0,5 nm y 0,65 nm admiten cationes TMA pero no TEA y los poros mayores de 0,65 nm admitirán iones TEA. Este concepto resume la teoría del tamizado iónico, donde el material de carbono se considera un tamiz que solo permitirá iones más pequeños que el tamaño de los poros. La evaluación de la diferencia en la capacitancia y, en consecuencia, en la densidad de energía desarrollada en los ánodos y cátodos de las células que contienen electrolitos TMATFB y TEATFB proporciona información sobre la importancia del volumen de los poros dentro de un cierto intervalo de tamaño de poro. La manipulación de las variables del proceso permite la producción de carbonos activados sintéticos ultrapuros que tienen una distribución del tamaño de los poros que se adapta al sistema electrolítico elegido. Por ejemplo, se puede producir un ánodo de carbono que tenga un máximo de microporos de aproximadamente 0,8 nm, que esté centrado en un tamaño de poro que se ajuste a un ion TEA. En función de los resultados del software DFE Pro, los ajustes del proceso se seleccionan en función de las variables que son más significativas desde el punto de vista estadístico para los poros con un volumen de poros y un área de superficie entre 0,7 y 1,0 nm establecidos como principales métricas del rendimiento. La interacción de variables y los "mapas de contorno" multivariadas se utilizan para extrapolar los ajustes del proceso que se encuentran entre los ajustes utilizados anteriormente o fuera del intervalo especificado anteriormente. Después de determinar las variables de proceso específicas para cumplir con el requisito de tamaño de poro de esta tarea, se producen lotes de carbono activado sintético ultrapuro, como los criogelos de carbono activado, basándose en estos ajustes. A continuación, el material del ánodo se caracteriza utilizando el ASAP 2020 y la teoría funcional de la densidad para el análisis de la distribución del tamaño de los poros a fin de confirmar la existencia de un pico alto de volumen y área de superficie dentro del intervalo prescrito de 0,7 -1,0 nm.
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65 De manera análoga, se usa un intervalo de tamaño de poro diferente, 0,6-0,8 nm, como objetivo para ajustar el tamaño de poro para los cationes TMA, mientras se sigue usando el mismo enfoque descrito en la presente memoria. Además, el enfoque se puede usar para producir carbonos que tengan una distribución del tamaño de poro, inferior a 0,6 nm, que corresponde a los aniones TFB.

La variación de la capacitancia desarrollada por gramo de carbono en el ánodo y el cátodo permite la producción de una celda de carga equilibrada con una capacidad equivalente para aniones y cationes. Este enfoque mejora la densidad de energía de la celda en general al tiempo que reduce el coste asociado con la creación de poros que no tienen el tamaño adecuado para los iones del electrolito.

- 5 Además, según los métodos descritos en la presente memoria, los carbonos se pueden producir en masa con una distribución de tamaño de poro específica para cualquier número de iones electrolíticos. Los intervalos de tamaños de poro descritos en la presente memoria se eligieron para los sistemas particulares estudiados, sin embargo, se pueden producir otros intervalos según los métodos descritos en la presente memoria. Por ejemplo, se pueden extraer datos de los informes generados por el software ASAP 2020 y se puede modificar el diseño DFE Pro de los experimentos para mostrar los parámetros de ajuste adecuados para los poros de cualquier tamaño. Si bien es posible que no se hayan descrito parámetros particulares en la presente memoria, el enfoque del diseño factorial de los experimentos permite a un experto en la materia realizar ajustes para generar el tamaño de poro máximo objetivo.

- 10 15 El análisis de estos resultados proporciona una serie de ideas diferentes.

- 20 25 El estudio de la capacidad de un ánodo o cátodo con un máximo de microporo conocido para desarrollar la máxima capacitancia utilizando un ion salino de dimensiones conocidas proporciona información sobre el tamaño efectivo de los iones en juego y el tamaño de poro que filtra qué iones. El uso de los datos de volumen de poros, así como de los datos de capacitancia de los sistemas descritos en la presente memoria, proporciona la identificación del tamaño de poro mínimo necesario para desarrollar la capacitancia con un catión de tetraetilamonio más grande frente al catión de tetrametilamonio más pequeño o un anión de tetrafluoroborato. Un material de carbono específico para su uso como electrodo es un sistema en donde el pico de los microporos está justo por encima del umbral cuando los poros son demasiado pequeños para permitir que un ion se electrosorba en la superficie de la pared de los poros, minimizando al mismo tiempo el volumen de los poros en otros intervalos.

- 30 35 El enfoque de diseño factorial de experimentos, cuando se usa con un volumen de poro en un intervalo específico como métrica de rendimiento, indica cómo ajustar los parámetros del proceso para maximizar el volumen de poro en ese intervalo de tamaño de poro.

- 40 45 Cuando los iones electrolíticos están libres en un disolvente sin restricciones en ausencia de campo eléctrico, normalmente están rodeados de iones de disolvente que sirven para equilibrar su carga. Se espera que esto siga ocurriendo hasta cierto punto a pesar del fuerte campo eléctrico y del reducido espacio dentro de los poros. Cada ion tiene una propensión diferente a mantenerse solvatado y, por lo tanto, tiene un tamaño efectivo diferente: más grande para una solvatación fuerte y más pequeño para una solvatación débil. El estudio de tamizado iónico descrito anteriormente evalúa el grado en que estas sales permanecen solvatadas y, por lo tanto, el tamaño de poros apropiado.

- 50 55 Como se mencionó anteriormente, una forma de maximizar la densidad de energía de un electrodo de carbono nanoestructurado es producir poros del tamaño correcto para los iones electrosorbidos en la superficie de ese electrodo. Un carbono activado con una distribución del tamaño de poro que es ideal para el anión y otro que es ideal para el catión se ensamblan en una celda asimétrica capaz de superar la capacitancia y la densidad de energía de las células simétricas utilizadas en otros lugares.

#### E. Uso de geles poliméricos ultrapuros desecados y material de carbono amorfos sintético ultrapuro

- 60 65 Los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros se pueden usar en dispositivos que requieren una estructura micro y mesoporosa estable y de alta área de superficie. Los ejemplos de aplicaciones de los materiales de carbono descritos incluyen, pero no se limitan a: dispositivos de almacenamiento y distribución de energía, electrodos ultracondensadores, electrodos de pseudocondensadores, electrodos de batería, electrodos de baterías de plomo-ácido, electrodos de difusión de gas, incluidos electrodos de litio-aire y electrodos de zinc-aire, baterías y condensadores de iones de litio (por ejemplo, como material catódico), colectores/andamios de corriente conductora para otros materiales activos en sistemas electroquímicos, andamios de soporte de materiales nanoestructurados, almacenamiento de gas en estado sólido (p. ej., almacenamiento de H<sub>2</sub> y CH<sub>4</sub>), desionización capacitiva del agua salada, aplicaciones biomédicas, como el control de intoxicaciones y la liberación controlada de fármacos, filtración de aire, filtración de agua, filtración química, convertidores catalíticos, aislamiento térmico, empaquetamiento cromatográfico, adsorbentes y como estructura de soporte de andamios a base de carbono para otras funciones catalíticas, como el almacenamiento de hidrógeno o los electrodos de las pilas de combustible.

- 70 75 Los materiales de carbono descritos también pueden emplearse en aplicaciones de obtención de energía cinética tales como: vehículos eléctricos híbridos, híbridos pesados, vehículos de propulsión totalmente eléctricos, grúas, montacargas, ascensores, rieles eléctricos, locomotoras híbridas y bicicletas eléctricas. Los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros también se pueden emplear en aplicaciones de respaldo eléctrico tales como: UPS, alimentación de puentes de centros de datos, compensación de caída de voltaje, accionadores de frenos eléctricos, accionadores de puertas eléctricas, electrónica, energía de puentes de torres de telecomunicaciones. Las aplicaciones que requieren potencia de impulsos en donde los carbonos activados sintéticos ultrapuros de esta descripción pueden ser útiles incluyen, entre otras: la estabilización de la red eléctrica, la electrónica, incluidos los teléfonos móviles, los

- PDA, los flashes de las cámaras, los juguetes electrónicos, los accionadores de paso de las palas de las turbinas eólicas, la regulación de la calidad de la energía/acondicionamiento de la energía/frecuencia, el sobrealimentador eléctrico. Sin embargo, otros usos de los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros incluyen el uso en sistemas de arranque y parada de automóviles, herramientas eléctricas, linternas, aparatos electrónicos personales, sistemas de iluminación autónomos alimentados por energía solar, chips y sistemas RFID, desarrolladores de campos eólicos para la potencia de los dispositivos de topografía, sensores, sistemas de láser de pulsos y fáseres.
- Los materiales de carbono descritos también pueden usarse en aplicaciones en donde la alta pureza es crítica, por ejemplo, aplicaciones en los campos médico, electrónico, análisis químico, mems (micromáquinas) y biológico. Los sensores o detectores químicos y electroquímicos de todo tipo experimentarían menos interferencias de impurezas o experimentarían menos reacciones secundarias causadas o catalizadas por impurezas. Algunos ejemplos son las impurezas en el aire (explosivos), las sustancias químicas peligrosas, las narices sintéticas o las impurezas en el agua (como las sustancias orgánicas) o las impurezas del agua en los líquidos orgánicos.
- La naturaleza ácida/básica del carbono depende en gran medida de las impurezas, incluido el oxígeno quimisorbido. Por lo tanto, los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros son útiles en aplicaciones en donde se desea controlar la naturaleza ácida/básica del material de carbono.
- El carbono se utiliza como reactivo en la producción química de materiales y como electrodo en la producción electroquímica de materiales. Por lo tanto, los materiales de carbono descritos se pueden utilizar en la producción química y electroquímica de materiales de alta pureza, especialmente metales. El material de carbono descrito también puede emplearse como electrodo en baterías de óxido de zinc-manganoso (baterías de linternas comunes) y baterías de halógeno de zinc e incorporarse en materiales compuestos poliméricos ultrapuros de carbono para su uso como adhesivos y sellos conductores de electricidad y para minimizar las fugas de radiación.
- Los geles poliméricos ultrapuros desecados descritos en la presente memoria se pueden utilizar en diferentes aplicaciones. Por ejemplo, los geles poliméricos ultrapuros desecados son útiles como adhesivos para madera (por ejemplo, para madera contrachapada o tableros de partículas), para unir textiles y metales al caucho (por ejemplo, neumáticos de caucho), medios de filtración, aislamiento dieléctrico, aislamiento térmico y como resina en materiales compuestos (por ejemplo, fibra de vidrio y fibra de carbono, etc.)
1. Dispositivos ultracondensadores
- Los EDLC utilizan electrodos sumergidos en una solución electrolítica como elemento de almacenamiento de energía. Normalmente, un separador poroso sumergido e impregnado con el electrolito asegura que los electrodos no entren en contacto entre sí, impidiendo que la corriente electrónica fluya directamente entre los electrodos. Al mismo tiempo, el separador poroso permite que las corrientes iónicas fluyan a través del electrolito entre los electrodos en ambas direcciones, formando así capas dobles de cargas en las interfaces entre los electrodos y el electrolito.
- Cuando se aplica potencial eléctrico entre un par de electrodos de un EDLC, los iones que existen dentro del electrolito son atraídos hacia las superficies de los electrodos con carga opuesta y migran hacia los electrodos. De este modo, se crea y se mantiene una capa de iones con carga opuesta cerca de cada superficie de electrodo. La energía eléctrica se almacena en las capas de separación de cargas entre estas capas iónicas y las capas de carga de las superficies de los electrodos correspondientes. De hecho, las capas de separación de cargas se comportan esencialmente como condensadores electrostáticos. La energía electrostática también se puede almacenar en el EDLCS mediante la orientación y alineación de las moléculas de la solución electrolítica bajo la influencia del campo eléctrico inducido por el potencial. Sin embargo, este modo de almacenamiento de energía es secundario.
- El EDLCS que comprende el material de carbono amorfo sintético ultrapuro se puede emplear en varios dispositivos electrónicos donde se desea una alta potencia. Por consiguiente, en una realización, se proporciona un electrodo que comprende materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros. En una realización adicional, el electrodo comprende materiales de carbono activo amorfos sintéticos ultrapuros. En una realización adicional, se proporciona un ultracondensador que comprende un electrodo que comprende materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros. En una realización adicional de lo anterior, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro es un material de carbono amorfo activado sintético ultrapuro.
- Los materiales de carbono descritos son útiles en cualquier dispositivo electrónico, por ejemplo, dispositivos comerciales y de consumo inalámbricos, tales como cámaras fotográficas digitales, ordenadores portátiles, dispositivos médicos, dispositivos de rastreo de ubicación, dispositivos automotrices, dispositivos de flashes compactos, teléfonos móviles, tarjetas PCMCIA, dispositivos portátiles y reproductores de música digital. Los ultracondensadores también se emplean en equipos pesados como: excavadoras y otros equipos de movimiento de tierras, montacargas, camiones de basura, grúas para puertos y sistemas de construcción y transporte como autobuses, automóviles y trenes. En una realización, un dispositivo ultracondensador que comprende el material de carbono sintético ultrapuro o el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende una potencia gravimétrica de al menos 10 W/g, al menos 15 W/g, al menos 20 W/g, al menos 25 W/g, al menos 30 W/g o al menos 35 W/g. En otra realización, un dispositivo ultracondensador que comprende el material de carbono sintético ultrapuro o el material

- de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende una potencia volumétrica de al menos 5 W/cm<sup>3</sup>, al menos 10 W/cm<sup>3</sup>, al menos 15 W/cm<sup>3</sup> o al menos 20 W/cm<sup>3</sup>. En otra realización, un dispositivo ultracondensador que comprende el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende una energía gravimétrica de al menos 2,5 Wh/kg, al menos 5,0 Wh/kg, al menos 7,5 Wh/kg, al menos 10 Wh/kg, al menos 12,5 Wh/kg, al menos 15,0 Wh/kg, al menos 17,5 Wh/kg, al menos 20,0 Wh/kg, al menos 22,5 Wh/kg o al menos 25,0 Wh/kg. En otra realización, un dispositivo ultracondensador que comprende el carbono amorfo activado sintético ultrapuro comprende una energía volumétrica de al menos 1,5 Wh/litro, al menos 3,0 Wh/litro, al menos 5,0 Wh/litro, al menos 7,5 Wh/litro, al menos 10,0 Wh/litro, al menos 12,5 Wh/litro, al menos 15 Wh/litro, al menos 17,5 Wh/litro o al menos 20,0 Wh/litro.
- 10 En algunas realizaciones de lo anterior, la potencia gravimétrica, la energía gravimétrica y la energía volumétrica de un dispositivo ultracondensador que comprende el material de carbono amorfo sintético ultrapuro se miden mediante una descarga de corriente constante de 2,7 V a 1,89 V empleando una solución 1,0 M de tetrafluororoborato de tetraetilamonio en un electrolito de acetonitrilo (TEATFB 1,0 M en AN) y 0,5 segundos constante.
- 15 En una realización, un dispositivo ultracondensador que comprende el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende una potencia gravimétrica de al menos 25 W/g, una potencia volumétrica de al menos 10,0 W/cm<sup>3</sup>, una energía gravimétrica de al menos 5,0 Wh/kg y una energía volumétrica de al menos 3,0 Wh/l.
- 20 En otra realización, un dispositivo ultracondensador que comprende el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende una potencia gravimétrica de al menos 15 W/g, una potencia volumétrica de al menos 10,0 W/cm<sup>3</sup>, una energía gravimétrica de al menos 20,0 Wh/kg y una energía volumétrica de al menos 12,5 Wh/l.
- 25 En una realización, un dispositivo ultracondensador que comprende el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende una capacitancia gravimétrica de al menos 15 F/G, al menos 20 F/G, al menos 25 F/G, al menos 30 F/G o al menos 35 F/G. En otra realización, un dispositivo ultracondensador que comprende el material de carbono sintético ultrapuro o el material de carbono amorfo sintético ultrapuro comprende una capacitancia volumétrica de al menos 10 F/cm<sup>3</sup>, al menos 15 F/cm<sup>3</sup>, al menos 18 F/cm<sup>3</sup>, al menos 20 F/cm<sup>3</sup>, al menos 22 F/cm<sup>3</sup> o al menos 25 F/cm<sup>3</sup>. En algunas realizaciones de lo anterior, la capacitancia gravimétrica y la capacitancia volumétrica se miden mediante una descarga de corriente constante de 2,7 V a 0,1 V con una constante de tiempo de 5 segundos y empleando una solución 1,8 M de electrolito de tetrafluororoborato de tetraetilamonio en acetonitrilo (TEATFB 1,8 M en AN) y una densidad de corriente de 0,5 A/g, 1,0 A/g, 4,0 A/g u 8,0 A/g.
- 30 En una realización, la presente descripción proporciona ultracondensadores que comprenden un material de carbono amorfo sintético ultrapuro tal como se describe en la presente memoria, en donde la disminución porcentual de la capacitancia original (es decir, la capacitancia antes de someterse a una retención de voltaje) del condensador que comprende un material de carbono amorfo sintético ultrapuro después de un período de retención de voltaje es inferior a la disminución porcentual de la capacitancia original de un ultracondensador que comprende materiales de carbono conocidos. En una realización, el porcentaje de capacitancia original restante para un ultracondensador que comprende un material de carbono amorfo sintético ultrapuro después de mantener el voltaje a 2,7 V durante 24 horas a 65 °C es de al menos el 90 %, al menos el 80 %, al menos el 70 %, al menos el 60 %, al menos el 50 %, al menos el 40 %, al menos el 30 %, al menos el 20 % o al menos el 10 %. En otras realizaciones de lo anterior, el porcentaje de capacitancia original que queda después del período de retención de voltaje se mide a una densidad de corriente de 0,5 A/g, 1 A/g, 4 A/g u 8 A/g.
- 35 En otra realización, la presente descripción proporciona ultracondensadores que comprenden un material de carbono amorfo sintético ultrapuro tal como se describe en la presente memoria, en donde la disminución porcentual en la capacitancia original del ultracondensador que comprende un material de carbono amorfo sintético ultrapuro después de ciclos de voltaje repetidos es inferior al porcentaje de disminución en la capacitancia original de un ultracondensador que comprende materiales de carbono conocidos sometidos a las mismas condiciones. Por ejemplo, en un ejemplo, el porcentaje de capacitancia original restante para un material de carbono amorfo sintético ultrapuro es mayor que el porcentaje de capacitancia original restante para un ultracondensador que comprende materiales de carbono conocidos después de 1000, 2000, 4000, 6000, 8000 o 1000 eventos de ciclos de voltaje que comprenden ciclos entre 2 V y IV a una densidad de corriente de 4 A/g. En otra realización, el porcentaje de capacitancia original restante para un ultracondensador que comprende un material de carbono amorfo sintético ultrapuro después de 1000, 2000, 4000, 6000, 8000 o 1000 eventos de ciclos de voltaje que comprenden ciclos entre 2 V y I V a una densidad de corriente de 4 A/g, es de al menos el 90 %, al menos el 80 %, al menos el 70 %, al menos el 60 %, al menos el 50 %, al menos el 40 %, al menos el 30 %, al menos el 20 % o al menos el 10 %.
- 40 Como se ha indicado anteriormente, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro se puede incorporar en dispositivos ultracondensadores. En algunas realizaciones, el material de carbono amorfo sintético ultrapuro se muele hasta un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 10 micrómetros usando un molino de chorro Labomill que funciona en una atmósfera de nitrógeno. Sin pretender imponer ninguna teoría, se cree que este tamaño de partícula fino mejora la conductividad de partícula a partícula, además de permitir la producción de electrodos de lámina muy delgada. El molino de chorro esencialmente tritura el carbono contra sí mismo haciendo girar dentro de una cámara en forma de disco impulsada por nitrógeno a alta presión. A medida que se introducen las partículas más grandes, la fuerza centrífuga las empuja hacia el exterior de la cámara; a medida que se trituran unas contra otras, las

partículas migran hacia el centro, donde finalmente salen de la cámara de trituración una vez que han alcanzado las dimensiones apropiadas.

- 5 En otras realizaciones, después de la molienda por chorro, el carbono se mezcla con un aglutinante fibroso de teflón (3 % en peso) para mantener las partículas juntas en una lámina. La mezcla de teflón de carbono se amasa hasta alcanzar una consistencia uniforme. A continuación, la mezcla se enrolla en láminas utilizando un formador de rodillos de alta presión que da como resultado un grosor final de 50 micrómetros. Estos electrodos se perforan en discos y se calientan a 195 °C en una atmósfera seca de argón para eliminar el agua y/u otros contaminantes transportados por el aire. Los electrodos se pesan y sus dimensiones se miden usando calibradores.
- 10 10 Los electrodos de carbono de los EDLC se humedecen con una solución electrolítica apropiada. Los ejemplos de disolventes para su uso en soluciones electrolíticas para su uso en los dispositivos de la presente solicitud incluyen, pero no se limitan a, carbonato de propileno, carbonato de etileno, carbonato de butileno, carbonato de dimetilo, carbonato de metiletilo, carbonato de dietilo, sulfolano, metilsulfolano y acetonitrilo. Dichos disolventes se mezclan generalmente con solutos, incluyendo sales de tetraquilamonio tales como TEATFB (tetrafluoroborato de tetraetilamonio); TEMATFB (tetrafluoroborato de trietilo y metilamonio); EMITFB (tetrafluoroborato de 1-etil-3-metilimidazolio), sales a base de tetrametilamonio o trietilamonio. Además, el electrolito puede ser un electrolito ácido o básico a base de agua, tal como ácido sulfúrico suave o hidróxido de potasio.
- 15 20 En algunas realizaciones, los electrodos se humedecen con una solución 1,0 M de tetrafluororoborato de tetraetilamonio en electrolito de acetonitrilo (TEATFB 1,0 M en AN) electrolito. En otras realizaciones, los electrodos se humedecen con una solución 1,0 M de tetrafluororoborato de tetraetilamonio en electrolito de carbonato de propileno (TEATFB 1,0 M en PC). Estos son electrolitos comunes que se utilizan tanto en la investigación como en la industria y se consideran estándares para evaluar el rendimiento de los dispositivos. En otras realizaciones, los condensadores simétricos de carbono-carbono (C-C) se ensamblan en una atmósfera inerte, por ejemplo, en una caja de guantes con argón, y una membrana porosa NKK de 30 micrómetros de espesor sirve como separador. Una vez ensambladas, las muestras se pueden remojar en el electrolito durante 20 minutos o más, dependiendo de la porosidad de la muestra.
- 25 30 En algunas realizaciones, la capacitancia y la potencia de salida se miden usando voltametría cíclica (CV), cronopotenciometría (CP) y espectroscopía de impedancia a varios voltajes (que varían de 1,0 a 2,5 V de voltaje máximo) y niveles de corriente (de 1 a 10 mA) en una estación de trabajo electroquímica Biologic VMP3. En esta realización, la capacitancia se puede calcular a partir de la curva de descarga del potenciógrama usando la fórmula:

$$C = \frac{I \times \Delta t}{\Delta V}$$

Ecuación 1

- 35 donde  $I$  es la corriente (A) y  $\Delta V$  es la caída de voltaje,  $\Delta t$  es la diferencia de tiempo. Debido a que en esta realización el condensador de prueba es un electrodo simétrico de carbono-carbono (C-C), la capacitancia específica se determina a partir de:

$$2 C_s = 2C/m_e$$

Ecuación 2

donde  $m_e$  es la masa de un solo electrodo. La energía y la potencia específicas se pueden determinar usando:

$$E_{es} = \frac{1}{4} \frac{CVV_{máx}^2}{m_e}$$

Ecuación 3

$$P_s = E_s/4ESR$$

Ecuación 4

- 45 50 donde  $C$  es la capacitancia medida,  $V_{máx}$  es el voltaje máximo de prueba y ESR es la resistencia en serie equivalente obtenida de la caída de voltaje al comienzo de la descarga. La ESR puede derivarse como alternativa de la espectroscopía de impedancia.

## 2. Baterías

- 55 Los materiales de carbono descritos también se pueden utilizar como electrodos en determinados tipos de baterías. Una de estas baterías es la batería de metal-aire, por ejemplo, las baterías de litio-aire. Las baterías de litio-aire generalmente comprenden un electrolito interpuesto entre el electrodo positivo y los electrodos negativos. El electrodo positivo generalmente comprende un compuesto de litio tal como óxido de litio o peróxido de litio y sirve para oxidar o reducir el oxígeno. El electrodo negativo generalmente comprende una sustancia carbonosa que absorbe y libera iones de litio. Al igual que con los supercondensadores, se espera que las baterías tales como las baterías de litio-aire

que comprenden materiales de carbono de mayor pureza sean superiores a las baterías que comprenden materiales de carbono conocidos. Por consiguiente, en una realización, la presente invención proporciona una batería de metal-aire, por ejemplo, una batería de litio-aire, que comprende un material de carbono amorfó sintético ultrapuro como se describe en la presente memoria.

- 5 También se espera que cualquier otro tipo de baterías, por ejemplo, baterías de zinc-carbono, baterías de litio-carbono, baterías de plomo-ácido y similares funcionen mejor con materiales de carbono de mayor pureza. Un experto en la materia reconocerá otros tipos específicos de baterías que contienen carbono que se beneficiarán de un carbono de mayor pureza. Por consiguiente, en otra realización, la presente invención proporciona una batería, en particular una batería de zinc-carbono, una batería de litio-carbono o una batería de plomo-ácido que comprende un material de carbono amorfó sintético ultrapuro tal como se describe en la presente memoria.

### Ejemplos

15 Los geles poliméricos ultrapuros, los criogeles, los criogeles pirolizados y los materiales de carbono amorfos sintéticos ultrapuros descritos en los siguientes ejemplos se prepararon según los métodos descritos en la presente memoria. Los productos químicos se obtuvieron de fuentes comerciales con una pureza de grado reactivo o mejor y se usaron tal como se recibieron del proveedor sin purificación adicional.

20 A menos que se indique lo contrario, se emplearon generalmente las siguientes condiciones. El compuesto fenólico y el aldehído se hicieron reaccionar en presencia de un catalizador en un sistema de disolventes binario. La relación molar del compuesto fenólico con respecto al aldehído era normalmente de 0,5 a 1. La reacción se dejó incubar en una ampolla de vidrio sellada a 90 °C durante al menos 24 horas o hasta que se completó la gelificación. El hidrogel polimérico ultrapuro resultante contenía agua, pero no disolvente orgánico; y no se sometió a intercambio de disolvente agua por un disolvente orgánico, tal como el t-butanol. El monolito de hidrogel polimérico ultrapuro se rompió después físicamente, por ejemplo mediante molienda, para formar partículas de hidrogel polimérico ultrapuro que tenían un diámetro promedio inferior a aproximadamente 30 mm. A menos que se indique lo contrario, las partículas se congelaron rápidamente, generalmente mediante inmersión en un fluido frío (por ejemplo, nitrógeno líquido o etanol/hielo seco) y se liofilizaron.

30 En general, la bandeja del liofilizador se enfrió previamente a -50 °C antes de cargar una bandeja que contenía las partículas de hidrogel polimérico ultrapuro congeladas en la bandeja del liofilizador. La presión de la cámara para la liofilización estaba normalmente en el intervalo de 6,66 a 133,3 Pa (50 a 1000 mTorr) y la temperatura de almacenamiento estaba en el intervalo de +10 a +25 °C. Como alternativa, la temperatura de almacenamiento se puede ajustar más baja, por ejemplo, en el intervalo de 0 a +10 °C. Como alternativa, la temperatura de almacenamiento se puede establecer más alta, por ejemplo, en el intervalo de 25 a +40 °C.

40 El hidrogel polimérico ultrapuro desecado se pirolizó normalmente calentándolo en una atmósfera de nitrógeno a temperaturas que variaban de 800 a 1200 °C durante un período de tiempo como se especifica en los ejemplos. Las condiciones de activación generalmente comprendían calentar un hidrogel polimérico ultrapuro pirolizado en una atmósfera de CO<sub>2</sub> a temperaturas que variaban de 900 a 1000 °C durante un período de tiempo como se especifica en los ejemplos. Las condiciones específicas de pirólisis y activación fueron las descritas en los siguientes ejemplos.

#### EJEMPLO 1

45 Producción de geles RF a partir de una solución de ácido acético al 100 %

Se fabricaron una serie de geles RF a partir de ácido acético "puro" (es decir, anhidro). Se produjeron tres muestras con niveles variables de carbonato de amonio (como "catalizador"): nada y -100 y ~25 R/C. Estas muestras se trituraron a mano para crear partículas, se congelaron por inmersión en nitrógeno líquido y se liofilizaron. En la Tabla 1 se presenta un resumen de estas formulaciones y sus áreas de superficie específica. Las tres muestras eran monolíticas y de color naranja. La intensidad del color fue mayor para las muestras que contenían carbonato de amonio. El área de superficie específica de las tres muestras estuvo entre 597 y 644 m<sup>2</sup>/g.

55 La figura 1 presenta el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para estas muestras. La muestra preparada sin catalizador tenía un tamaño de poro promedio DFT de aproximadamente 185 Å, con un pico ancho entre aproximadamente 100 y 1000 Å, y un pico secundario de aproximadamente 14 Å (y estaba relativamente desprovista de volumen de poro intermedio). Por el contrario, cuando se añadió el catalizador, el pico ancho principal demostró un cambio en la distribución hacia anchuras de poro más bajas (también hubo un pico secundario a aproximadamente 12 a 16 Å). El tamaño de poro promedio DFT para las muestras que contenían aproximadamente 100 y aproximadamente 25 R/C de carbonato de amonio fue de aproximadamente 78 Å y 45 Å, respectivamente. Curiosamente, estas últimas muestras estaban relativamente desprovistas de poros por encima de 300 Å.

Tabla 1

65

<u>Resumen de los geles producidos a partir de una solución de ácido acético al 100 % (sin añadir agua antes de la adición de formaldehído)</u>					
Muestra	R/S	R/C	pH final	Condiciones de gelificación	Área de superficie específica de gel desecado (m <sup>2</sup> /g)
003-113-2	0,3	∞	2,0	O/N a 90 °C	644
003-113-3	0,3	95	1,9		597
003-113-4	0,3	25	2,1		605

Abreviaturas: R/S = relación entre resorcinol y disolvente (en g/ml); R/C = relación entre resorcinol y catalizador (en g/g); O/N = durante la noche, normalmente aproximadamente 18 horas.

## Ejemplo 2

Producción de geles RF a partir de una solución 90:10 de ácido acético:agua (vol:vol)

- 5 Para examinar el efecto de la adición de una pequeña cantidad de agua al sistema, se produjeron una serie de geles RF a partir de un disolvente mixto de ácido acético:agua en una relación vol:vol de 90:10 (antes de la adición de formaldehído). Se produjeron tres muestras con niveles variables de carbonato de amonio: nada y -100 y -25 R/C. Estas muestras se trituraron a mano para crear partículas, se congelaron por inmersión en nitrógeno líquido y se liofilizaron.
- 10 En la Tabla 2 se presenta un resumen de estas formulaciones y sus áreas de superficie específica. Las tres muestras eran monolíticas y de color naranja. La intensidad del color fue mayor para las muestras que contenían carbonato de amonio. El área de superficie específica de las tres muestras era entre 586 y 653 m<sup>2</sup>/g.
- 15 La figura 2 presenta el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para estas muestras. La muestra preparada sin catalizador tenía un tamaño de poro promedio de DFT de aproximadamente 160 Å, con un pico ancho entre aproximadamente 100 y 1000 Å, y picos secundarios de aproximadamente 11 Å y 13 Å (y estaba relativamente desprovista de volumen de poro intermedio). Por el contrario, cuando se añadió el catalizador, el pico ancho principal demostró un cambio en la distribución hacia anchuras de poro más bajas (también hubo picos secundarios en el intervalo de aproximadamente 12 Å a 15 Å). El tamaño de poro promedio de DFT para las muestras que contenían aproximadamente 100 y aproximadamente 25 R/C de carbonato de amonio fue de aproximadamente 59 Å y 39 Å, respectivamente. En general, las tendencias para las muestras de ácido acético 90:10 fueron similares a las observadas en el caso en donde el resorcinol se disolvió inicialmente en ácido acético al 100 % descrito anteriormente.
- 20

## 25 Tabla 2

<u>Resumen de los geles RF producidos a partir de una solución 50:50 de ácido acético:agua (vol:vol) (antes de la adición de formaldehído)</u>					
Muestra	R/S	R/C	pH final	Condiciones de gelificación	Área de superficie específica de gel desecado (m <sup>2</sup> /g)
003-113-6	0,3	∞	1,3	O/N a 90 °C	653
003-113-7	0,3	100	1,9		599
003-113-8	0,3	25	2,1		586

Abreviaturas: R/S = relación entre resorcinol y disolvente (en g/ml); R/C = relación entre resorcinol y catalizador (en g/g); O/N = durante la noche, normalmente aproximadamente 18 horas.

## Ejemplo 3

Producción de geles RF a partir de una solución 50:50 de ácido acético:agua (vol:vol)

- 30 Para examinar más a fondo el efecto de la adición de agua, se produjeron una serie de geles RF a partir de ácido acético:agua 50:50 (antes de la adición de formaldehído). Se produjeron tres muestras con niveles variables de carbonato de amonio: nada y -100 y -25 R/C. Se fabricó una cuarta muestra con la adición de acetato de amonio en una proporción de ~ 25 R/C. Estas muestras se trituraron a mano para crear partículas, se congelaron por inmersión en nitrógeno líquido y se liofilizaron.
- 35 En la Tabla 3 se presenta un resumen de estas formulaciones y sus áreas de superficie específica. Las cuatro muestras eran monolíticas y de color naranja. La intensidad del color fue mayor en las muestras que contenían carbonato de amonio o acetato de amonio. El área de superficie específica de las cuatro muestras estuvo entre 560 y 693 m<sup>2</sup>/g.

La figura 3 presenta el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para estas muestras. La muestra preparada sin catalizador tenía un tamaño de poro promedio de DFT de aproximadamente 193 Å, con un pico ancho entre aproximadamente 100 y 1000 Å, y un pico secundario de aproximadamente 14 Å (y estaba relativamente desprovista de volumen de poro intermedio). Por el contrario, a medida que se añadía el catalizador, el pico ancho principal demostraba un cambio en la distribución hacia anchuras de poro más bajas (también hubo un pico secundario de aproximadamente 10 Å a 14 Å). El tamaño de poro promedio de DFT para las muestras que contenían aproximadamente 100 y aproximadamente 25 R/C de carbonato de amonio fue de aproximadamente 79 Å y 32 Å, respectivamente. El tamaño de poro promedio de DFT para la muestra que contenía aproximadamente 25 R/C de acetato de amonio fue de aproximadamente 33 Å. En general, las tendencias para las muestras de ácido acético:agua 50:50 fueron similares a las observadas en el caso en donde el resorcinol se disolvió inicialmente en ácido acético al 100 % o ácido acético:agua a 90:10, como se ha descrito anteriormente.

Tabla 3

Resumen de los geles RF producidos a partir de una solución 50:50 de ácido acético:agua (vol:vol) (antes de la adición de formaldehído)					
Muestra	R/S	R/C	pH final	Condiciones de gelificación	Área de superficie específica de gel desecado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
003-117-1	0,3		1,4	O/N a 90 °C	693 ± 27
003-117-2	0,3	95	2,0		663 ± 23
003-117-3	0,3	25	2,5		600 ± 40
003-117-4 (Acetato de amonio)	0,3	24	2,4		560

Abreviaturas: R/S = relación entre resorcinol y disolvente (en g/ml); R/C = relación entre resorcinol y catalizador (en g/g); O/N = durante la noche, en este caso se incubaron muestras adicionales durante un día adicional, lo que dio como resultado un tiempo total de aproximadamente 36 h. Cuando las áreas de superficie específicas se indican como promedio y desviación estándar, los valores se calculan a partir de dos puntos de datos.

## Ejemplo 4

## Producción de geles RF a partir de una solución acuosa de ácido acético 25:75 (vol:vol)

El siguiente sistema estaba compuesto predominantemente por agua, específicamente ácido acético:agua 25:75 (antes de la adición de formaldehído). Se produjeron tres muestras con niveles variables de carbonato de amonio: nada, y ~100 y ~25 R/C. Se fabricó una cuarta muestra con la adición de acetato de amonio en una proporción de ~25 R/C. Estas muestras se trituraron a mano para crear partículas, se congelaron por inmersión en nitrógeno líquido y se liofilizaron.

En la Tabla 4 se presenta un resumen de estas formulaciones y sus áreas de superficie específica. También se incluyen en la tabla muestras adicionales que se produjeron con acetato de amonio en proporciones R/C más bajas de 10:1 y 1:1. La muestra preparada en ausencia de catalizador era de color naranja claro y, después del secado, el criogel tenía un área de superficie específica de aproximadamente 340  $\text{m}^2/\text{g}$ . Las muestras que contenían carbonato de amonio o acetato de amonio tenían un color más oscuro (en particular para las 100 muestras R/C) y también tenían una naturaleza menos turbia. Sin embargo, la muestra producida con el nivel más alto de acetato de amonio, es decir, la R/C 1:1, era muy parecida a la arcilla y de consistencia húmeda, y presentaba una superficie extremadamente baja. En comparación con el criogel de esta serie desprovisto de catalizador, los que contenían carbonato de sodio o acetato de sodio a una R/C de 25:1 a 100:1 tenían una superficie específica mucho mayor de más de 700  $\text{m}^2/\text{g}$ . Las muestras preparadas con acetato de amonio a una R/C de 10 y 1 produjeron una superficie inferior de aproximadamente 427  $\text{m}^2/\text{g}$  y 3,4  $\text{m}^2/\text{g}$  respectivamente.

La figura 4 presenta el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para algunas de estas muestras. La muestra preparada sin catalizador tuvo un pico ancho entre aproximadamente 100 y más de 1000 Å con un volumen de poro creciente sustancial por encima de la anchura de poro de 1000 Å, y un pico secundario de aproximadamente 13 Å, y una anchura de poro promedio de adsorción de BHJ fue de 193 Å. La adición de aproximadamente 100 R/C de carbonato de amonio cambió la distribución significativamente, aunque el tamaño de poro promedio de adsorción de DFT fue similar al observado sin catalizador (aproximadamente 200 Å). Las muestras que contenían aproximadamente 25 R/C de carbonato de amonio o acetato de amonio mostraron un cambio en la distribución hacia anchuras de poro más bajas, lo que dio como resultado un tamaño de poro promedio de DFT de aproximadamente 92 Å y 104 Å, respectivamente. Todas las muestras mostraron picos en el volumen de poro creciente en el intervalo de anchura de poro de aproximadamente 12 a 16 Å.

Tabla 4

Resumen de los geles RF producidos a partir de una solución de ácido acético:agua (vol:vol) 25:75 (antes de la adición de formaldehído)					
Muestra	R/S	R/C	pH final	Condiciones de gelificación	Área de superficie específica de gel desecado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
003-118-1	0,3		2,3	O/N a 90 °C	469
003-118-2	0,3	97	2,9		722
003-118-3	0,3	25	3,3		724
003-118-4 (Acetato de amonio)	0,3	24	3,1		728
003-127-3 (Acetato de amonio)	0,3	10	3,5		427
003-127-4 (Acetato de amonio)	0,3	1	3,9		3,4

Abreviaturas: R/S = relación entre resorcinol y disolvente (en g/ml); R/C = relación entre resorcinol y catalizador (en g/g); O/N = durante la noche, normalmente aproximadamente 18 horas.

## Ejemplo 5

Producción de geles RF a partir de una solución 10:90 de ácido acético:agua (vol:vol)

5 Se preparó una serie análoga de muestras a 10:90 de ácido acético:agua (antes de la adición de formaldehído). Se produjeron tres muestras con niveles variables de carbonato de amonio: nada, y -100 y ~25 R/C. Se fabricó una cuarta muestra con la adición de acetato de amonio en una proporción de -25 R/C. Estas muestras se trituraron a mano para crear partículas, se congelaron por inmersión en nitrógeno líquido y se liofilizaron. En la Tabla 5 se presenta un resumen de estas formulaciones y sus áreas de superficie específica. La muestra preparada en esta serie sin catalizador era visualmente algo monolítica, pero muy parecida a la arcilla y de consistencia húmeda, y de color naranja muy claro. Tras el secado, el material presentaba un área de superficie extremadamente baja de < 1  $\text{m}^2/\text{g}$ . Las muestras con sales de amonio tenían un color más oscuro y parecían menos turbias. Estas muestras también mostraron un área de superficie específica mucho mayor en el criogel. Además, hubo una tendencia a aumentar el área de superficie específica para los niveles más altos de sales de amonio.

10 15 20 La figura 5 presenta el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para las muestras de esta serie que incluían una sal de amonio. La distribución de las tres muestras fue similar, con una tendencia hacia un cambio muy pequeño en la distribución en presencia de una mayor cantidad de catalizador. Específicamente, en presencia de carbonato de amonio R/C 100:1, la anchura de poro promedio de adsorción de BHJ fue de 338 Å, en comparación con 187 Å y 201 Å en presencia de carbonato de amonio R/C 25:1 y acetato de amonio, respectivamente.

Tabla 5

Resumen de los geles RF producidos a partir de una solución 10:90 de ácido acético:agua (vol:vol) (antes de la adición de formaldehído)					
Muestra	R/S	R/C	pH final	Condiciones de gelificación	Área de superficie específica de gel desecado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
003-116-3	0,3		2,2	O/N a 90 °C	0,5
003-116-1	0,3	99	2,9		327 ± 10
003-116-2	0,3	25	3,6		429
03-116-4	0,3	24	3,2		539 ± 175

25 Abreviaturas: R/S = relación entre resorcinol y disolvente (en g/ml); R/C = relación entre resorcinol y catalizador (en g/g); O/N = durante la noche, normalmente aproximadamente 18 h.

## Ejemplo 6

Producción de geles RF a partir de una solución 1:99 de ácido acético en agua (vol:vol)

30 Se estudió otra relación más baja de ácido acético con respecto al agua, concretamente, 1:99 (antes de la adición de formaldehído). Se produjeron tres muestras con niveles variables de carbonato de amonio: nada, y -100 y ~25 R/C. Se fabricó una cuarta muestra con la adición de acetato de amonio en una proporción de -25 R/C. Estas muestras se trituraron a mano para crear partículas, se congelaron por inmersión en nitrógeno líquido y se liofilizaron.

En la Tabla 6 se presenta un resumen de estas formulaciones y sus áreas de superficie específica. Todas las muestras eran similares a la arcilla y de consistencia húmeda. La muestra preparada sin catalizador mostró un área de superficie extremadamente baja de  $1,5 \text{ m}^2/\text{g}$ . En comparación con las muestras producidas con cantidades más altas de ácido acético, las muestras de esta serie eran generalmente de color naranja claro y de naturaleza turbia. Las muestras a las que se añadió una sal de amonio mostraron una superficie específica moderadamente alta, en el intervalo de 140 a  $278 \text{ m}^2/\text{g}$ , pero generalmente inferior a los valores obtenidos en las muestras preparadas con un contenido de ácido acético más alto.

Tabla 6

<u>Resumen de los geles RF producidos a partir de una solución 1:99 de ácido acético:agua (vol:vol) (antes de la adición de formaldehído)</u>					
Muestra	R/S	R/C	pH final	Condiciones de gelificación	Área de superficie específica de gel desecado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
003-119-1	0,3		2,9	O/N a 90 °C	1,5
003-119-2	0,3	101	4,3		210
003-119-3	0,3	25	5,0		140
03-119-4	0,3	24	4,3		278

Abreviaturas: R/S = relación entre resorcinol y disolvente (en g/ml); R/C = relación entre resorcinol y catalizador (en g/g); O/N = durante la noche, normalmente aproximadamente 18 horas.

Ejemplo 7

#### Relación entre el pH y las características de la superficie de varios geles RF

En la figura 6 se presenta una gráfica del área de superficie específica frente al pH para todas las muestras. Como puede verse, hubo una tendencia general hacia una mayor área de superficie específica a medida que disminuye el pH. Sin embargo, las excepciones notables son las muestras 003-116-3 y 003-119-1 (que son materiales producidos a partir de los dos contenidos de ácido acético más bajos estudiados y no contienen sales de amonio) y la muestra 003-127-4 (que se produjo a partir de un 25 % de ácido acético y la mayor cantidad de acetato de amonio estudiada, R/C=1). Un gráfico similar de la anchura de poro promedio de adsorción de pH frente a la adsorción de DFT no refleja ninguna tendencia perceptible. Por lo tanto, el pH por sí solo no parece ser una variable de control para ajustar la distribución de la anchura de los poros en el gel polimérico ultrapuro RF, y debe considerarse junto con la cantidad (y el tipo) de catalizador añadido, en este caso, sales de amonio básicas, específicamente carbonato o acetato.

Ejemplo 8

#### Producción de geles RF a partir de ácido acético 25:75, agua y una relación RS de 0,6

La tabla 7 presenta datos para geles poliméricos ultrapuros RF que se produjeron a partir de ácido acético:agua 25:75, y en este caso, la RS es relativamente alta, es decir, 0,6. Las muestras de esta serie eran duras y monolíticas y las muestras con sales de amonio mostraron un área de superficie específica notablemente mayor (591 a  $612 \text{ m}^2/\text{g}$ ) en comparación con el correspondiente gel polimérico ultrapuro sin sal de amonio (área de superficie específica de  $271 \text{ m}^2/\text{g}$ ).

Tabla 7

<u>Resumen de los geles RF producidas a partir de una solución de ácido acético:agua (vol:vol) 25:75 (antes de la adición de formaldehído) y RS = 0,6</u>					
Muestra	R/S	R/C	pH final	Condiciones de gelificación	Área de superficie específica de gel desecado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
006-048-1	0,6	$\infty$	2,9	72 h a 90 °C	271
006-048-2	0,6	100	3,6		612
006-048-3	0,6	25	4,1		595
006-048-4	0,6	25	3,9		591

Abreviaturas: R/S = relación entre resorcinol y disolvente (en g/ml); R/C = relación entre resorcinol y catalizador (en g/g).

Ejemplo 9

#### Pirólisis de geles poliméricos ultrapuros RF

5 Se pirolizaron ocho muestras de las analizadas anteriormente. Los detalles de estas muestras se proporcionan en la Tabla 8. Todas las muestras de la Tabla se pirolizaron mediante incubación a 900 °C durante un tiempo de permanencia de 60 min. La pérdida de peso tras la pirólisis fue del  $53 \pm 3\%$ . En general, el área de superficie específica del gel pirolizado era similar a la del gel polimérico ultrapuro desecado antes de la pirólisis.

Tabla 8

Resumen de muestras pirolizadas			
Muestra	Área de superficie específica de gel desecado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Pérdida de peso por pirólisis (%)	Área de superficie específica del gel pirolizado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
003-116-4 PC	$539 \pm 179$	56	743
003-117-1 PC	$693 \pm 27$	57	697
003-117-2 PC	$663 \pm 23$	57	699
003-117-3 PC	$600 \pm 40$	56	548
003-117-4 PC	560	56	573
003-118-2 PC	722	52	$705 \pm 24$
003-118-3 PC	724	52	702
003-118-4 PC	728	51	$689 \pm 24$

\*003-116-4 PC es un ejemplo comparativo

10 La distribución del tamaño de poro en el gel pirolizado estaba relacionada con la del gel polimérico ultrapuro desecado antes de la pirólisis. Específicamente, hubo una tendencia hacia un cambio en el volumen de poro creciente frente a la anchura de poro hacia anchuras de poro más bajas. Por ejemplo, la figura 7 muestra la gráfica del volumen de poro creciente frente a la anchura de poro para la muestra 003-117-2 antes (figura 7A) y después (figura 7B) de la pirólisis. Se puede observar que la distribución global fue similar, con un ligero cambio hacia una anchura de poro menor 15 después de la pirólisis.

20 Se proporcionan ejemplos adicionales en la figura 8, la figura 9, la figura 10 y la figura 11 para las muestras 003-117-4, 003-118-2, 003-118-3 y 003-118-4, respectivamente. En cada caso, la distribución de la anchura de poro en la muestra pirolizada (figuras 8B, 9B, 10B y 11B) refleja el gel polimérico ultrapuro desecado antes de la pirólisis (y se desplaza ligeramente hacia abajo hacia anchuras de poro más pequeñas) (figuras 8A, 9A, 10A y HA). Estos datos son importantes para demostrar que la capacidad de ajuste en el gel polimérico ultrapuro desecado se transfiere a la capacidad de ajuste para el material pirolizado.

#### Ejemplo 10

25 Preparación de materiales de carbono activado sintéticos ultrapuros

30 Se preparó un material de carbono activado sintético ultrapuro a partir de las muestras pirolizadas. En la Tabla 9 se presenta un resumen de los carbonos activados sintéticos ultrapuros producidos. En la figura 12 se representa un gráfico del porcentaje de pérdida de peso durante el proceso de activación frente al área de superficie específica. Como puede verse, hubo una tendencia a aumentar el área de superficie específica con el aumento de la pérdida de peso por activación. Se observó que las muestras con una alta área de superficie específica en el material pirolizado 35 tendían a tener una mayor área de superficie específica en el carbono activado para una pérdida de peso de activación determinada. Estos datos muestran que se pueden producir carbonos activados sintéticos ultrapuros de alta área de superficie específica a partir de las formulaciones de gel polimérico ultrapuro descritas en la presente memoria.

Tabla 9

Resumen de muestras de carbono activado				
Muestra	Área de superficie específica del gel pirolizado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Condiciones de activación	Activación (total) Pérdida de peso (%)	Área de superficie específica de carbono activado ( $\text{m}^2/\text{g}$ )
003-116-4 AC	743	20 min 900 °C	13	910
003-116-4 AC2		110 min 900 °C	87	2895
003-117-1 AC	697	90 min 900 °C	40	1565

Resumen de muestras de carbono activado				
Muestra	Área de superficie específica del gel pirolizado (m <sup>2</sup> /g)	Condiciones de activación	Activación (total) Pérdida de peso (%)	Área de superficie específica de carbono activado (m <sup>2</sup> /g)
003-117-3 AC	548	45 min 900 °C	38	1245
003-117-3 AC2		90 min 900 °C	98	2906
003-117-4 AC	573	45 min 1000 °C	41	1808
003-118-4 AC	689 ± 24	100 min 900 °C	25	1203
003-118-4 AC2		45 min 1000 °C	83	2716

En la figura 13 se presenta un ejemplo de la distribución del volumen de poro para el carbono activado producido a partir de los geles poliméricos ultrapuros RF descritos en la presente memoria. En este caso, el carbono activado sintético ultrapuro, concretamente, 003-118-AC2, presenta una distribución del volumen de poros que refleja la muestra pirolizada (véase la figura 11). Estos datos son importantes para demostrar que la capacidad de ajustar las características de los poros y la superficie en el gel polimérico ultrapuro se traducirá en una capacidad de ajustar las características de los materiales de carbono activado sintético pirolizado y sintético ultrapuro producidos a partir de los geles poliméricos ultrapuros.

## 10 Ejemplo 11

## Preparación de gel polimérico ultrapuro desecado

Según los métodos descritos en la presente memoria, se preparó un gel polimérico ultrapuro a partir de un sistema de disolventes binario compuesto por agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio. El material se colocó a continuación a temperatura elevada para permitir la gelificación y crear un gel polimérico ultrapuro. Las partículas de gel polimérico ultrapuro se crearon a partir del gel polimérico ultrapuro y se hicieron pasar a través de un tamiz de malla de 4750 micrómetros, y dichas partículas de gel polimérico ultrapuro se congelaron por inmersión en nitrógeno líquido y se cargaron en una bandeja de liofilización con una carga de 0,46 a 1,08 g/cm<sup>2</sup> (3 a 7 g/in<sup>2</sup>) y se liofilizaron. El tiempo de secado (según se deduce del tiempo que tarda el producto en alcanzar los 2 °C de la temperatura de almacenamiento) estaba relacionado con la carga del producto en la bandeja del liofilizador.

El área de superficie del gel desecado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad Micrometrics (modelo TriStar II). El área de superficie específica medida con el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 500 a 700 m<sup>2</sup>/g.

### Ejemplo 12

## Producción de material de carbono sintético pirolizado ultrapuro a partir de gel polimérico ultrapuro desecado

El gel desecado descrito en el ejemplo 11 se pirolizó haciéndolo pasar a través de un horno rotatorio (tubo de alúmina con un diámetro interior de 9,5 cm [3,75 pulgadas]) a 850 °C con un flujo de gas nitrógeno de 200 l/h. La pérdida de peso tras la pirólisis fue de aproximadamente el 52 %.

35 El área de superficie del gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida con el enfoque BET estándar estaba en el intervalo de aproximadamente 600 a 700 m<sup>2</sup>/g.

### Ejemplo 13

## Producción de carbono activado sintético ultrapuro

45 El material de carbono sintético pirolizado tal como se describe en el ejemplo 12 se activó mediante múltiples pasadas a través de un horno rotatorio (tubo de aluminio con un diámetro interior de 6,9 cm [2,75 pulgadas]) a 900 °C con un caudal de CO<sub>2</sub> de 30 l/min, lo que dio como resultado una pérdida de peso total de aproximadamente el 45 %.

El área de superficie del carbono activado sintético ultrapuro se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida utilizando el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 1600 a 2000 m<sup>2</sup>/g.

## Ejemplo 14

Micronización de carbono activado sintético ultrapuro mediante molienda por chorro

- 5 El carbono activado sintético ultrapuro del Ejemplo 13 se molvió a chorro usando un molino a chorro Jet Pulverizer Micron Master de 5,1 cm (2 pulgadas) de diámetro. Las condiciones eran aproximadamente 0,3 kg (0,7 libras) de carbono activado sintético ultrapuro por hora, un flujo de gas nitrógeno de aproximadamente 0,58 m<sup>3</sup> (20 scf) por minuto y una presión de aproximadamente 0,68 Mpa (100 psi). El tamaño promedio de partícula después de la molienda por chorro fue de aproximadamente 8 a 10 micrómetros.

## 10 Ejemplo 15

Preparación de gel polimérico ultrapuro desecado

- 15 Según los métodos descritos en la presente memoria, se preparó un gel polimérico ultrapuro a partir de un sistema de disolventes binario compuesto por agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio. El material se colocó a continuación a temperatura elevada para permitir la gelificación y crear un gel polimérico ultrapuro. Las partículas de gel polimérico ultrapuro se crearon a partir del gel polimérico ultrapuro y se hicieron pasar a través de un tamiz de malla de 4750 micrómetros y dichas partículas de gel polimérico ultrapuro se congelaron mediante inmersión en nitrógeno líquido y se cargaron en una bandeja de liofilización con una carga de 0,46 a 1,08 g/cm<sup>2</sup> (3 a 7 g/in<sup>2</sup>) y se liofilizaron. El tiempo de secado (según se deduce del tiempo que tarda el producto en alcanzar los 2 °C de la temperatura de almacenamiento) estaba relacionado con la carga del producto en la bandeja del liofilizador.
- 20 El área de superficie del gel desecado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad Micrometrics (modelo TriStar II). El área de superficie específica medida con el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 500 a 700 m<sup>2</sup>/g.
- 25 El área de superficie del gel desecado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad Micrometrics (modelo TriStar II). El área de superficie específica medida con el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 500 a 700 m<sup>2</sup>/g.

## 30 Ejemplo 16

Producción de material de carbono sintético pirolizado ultrapuro a partir de gel polimérico ultrapuro desecado

- 35 El gel desecado descrito en el ejemplo 15 se pirolizó haciéndolo pasar a través de un horno rotatorio (tubo de cuarzo con un diámetro interior de 9,5 cm [3,75 pulgadas]) a 850 °C con un caudal de gas nitrógeno de 200 l/h. La pérdida de peso tras la pirólisis fue de aproximadamente el 51 %.

El área de superficie del gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida con el enfoque BET estándar estaba en el intervalo de aproximadamente 600 a 700 m<sup>2</sup>/g.

## 40 Ejemplo 17

Preparación de carbono activado sintético ultrapuro

- 45 El material de carbono sintético pirolizado tal como se describe en el ejemplo 16 se activó mediante incubación a 900 °C en un tubo de sílice (9,5 cm [3,75 pulgadas] de diámetro interior) con un caudal de CO<sub>2</sub> de 6,7 l/min, para lograr una pérdida de peso final (en comparación con el carbono pirolizado inicial) de aproximadamente el 54 %.
- 50 El área de superficie del gel desecado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida utilizando el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 1600 a 2000 m<sup>2</sup>/g.

## 55 Ejemplo 18

Análisis de pureza del carbono activado sintético ultrapuro y carbonos de comparación

- 60 Las muestras de carbono activado sintético ultrapuro se examinaron para determinar su contenido de impurezas mediante emisión de rayos X inducida por protones (PIXE). El PIXE es una medida estándar de la industria, altamente sensible y precisa para el análisis elemental simultáneo mediante la excitación de los átomos de una muestra para producir rayos X característicos que se detectan y se identifican y cuantifican sus intensidades. PIXE es capaz de detectar todos los elementos con números atómicos que van del 11 al 92 (es decir, del sodio al uranio).

65 Los datos de impureza (Imp.) de PIXE para los carbonos activados sintéticos ultrapuros tal como se describen en la presente memoria, así como para otros carbonos activados con fines comparativos, se presentan en la Tabla 10. La muestra 1 es el carbono activado sintético ultrapuro del ejemplo 13, la muestra 2 es el carbono activado micronizado sintético ultrapuro del ejemplo 14, la muestra 3 es el carbono activado sintético ultrapuro del ejemplo 17, la muestra 4

5 es el carbono activado sintético ultrapuro del ejemplo 35, la muestra 5 es el carbono activado sintético ultrapuro del ejemplo 38, la muestra 6 es un carbono activado denominado “MSP-20” obtenido de Kansai Coke and Chemicals., Ltd. (Kakogawa, Japón), la muestra 7 es un carbono activado denominado “YP-5 OF (YP-17D)” obtenido de Kuraray Chemical Co. (Osaka, Japón). Como se ve en la Tabla 10, los carbonos activados sintéticos ultrapuros según la presente descripción tienen un contenido de impurezas de PIXE más bajo y un contenido de cenizas más bajo en comparación con otras muestras de carbono activado conocidas.

Tabla 10

Análisis de pureza del carbono activado sintético ultrapuro y carbonos de comparación							
Impureza	Concentración de impurezas (PPM)						
	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5	Muestra 6	Muestra 7
Na	ND*	ND	ND	ND	ND	353,100	ND
Mg	ND	ND	ND	ND	ND	139,000	ND
Al	ND	ND	ND	ND	ND	63,850	38,941
Si	53,840	92,346	25,892	17,939	23,602	34,670	513,517
P	ND	ND	ND	ND	ND	ND	59,852
S	ND	ND	ND	ND	ND	90,110	113,504
Cl	ND	ND	ND	ND	ND	28,230	9,126
K	ND	ND	ND	ND	ND	44,210	76,953
Ca	21,090	16,971	6,141	9,299	5,504	ND	119,804
Cr	ND	ND	ND	ND	ND	4,310	3,744
Mn	ND	ND	ND	ND	ND	ND	7,552
Fe	7,582	5,360	1,898	2,642	1,392	3,115	59,212
Ni	4,011	3,389	0,565	ND	ND	36,620	2,831
Cu	16,270	15,951	ND	ND	ND	7,927	17,011
Zn	1,397	0,680	1,180	1,130	0,942	ND	2,151
Total (% de cenizas)	104,190 (0,018)	134,697 (0,025)	35,676 (<0,007)	31,010 (0,006)	31,44 (0,006)	805,142 (0,13)	1024,198 (0,16)

\*ND= no detectado mediante análisis PIXE

- 10 Ejemplo 19
- Rendimiento electroquímico del carbono activado sintético ultrapuro
- 15 El carbono activado sintético ultrapuro del Ejemplo 13 (es decir, la Muestra n.º 1) se analizó para determinar su rendimiento electroquímico, específicamente su rendimiento como material de electrodo en un EDLC. Los detalles específicos relacionados con la fabricación de electrodos, EDLC y sus pruebas se describen a continuación.
- 20 Los electrodos del condensador comprendían 99 partes en peso de partículas de carbono (tamaño promedio de partícula de 5 a 15 micrómetros) y 1 parte en peso de teflón. El carbono y el teflón se trituraron en un mortero hasta que el teflón se distribuyó bien y el material compuesto tuvo cierta integridad física. Después de mezclar, el material compuesto se enrolló en una lámina plana de aproximadamente 50 micrómetros de espesor. Se perforaron discos de electrodos, de aproximadamente 1,59 cm de diámetro, para extraerlos de la lámina. Los electrodos se colocaron en un horno de vacío conectado a una caja seca y se calentaron durante 12 horas a 195 °C. Esto eliminó el agua adsorbida de la atmósfera durante la preparación del electrodo. Tras el secado, los electrodos se dejaron enfriar a temperatura ambiente, la atmósfera del horno se llenó con argón y los electrodos se trasladaron a la caja seca donde se fabricaron los condensadores.
- 25 Se colocó un electrodo de carbono en una cavidad formada por un disco de papel de aluminio recubierto de carbono de 2,54 cm (1 pulgada) de diámetro y un anillo de junta de polietileno de 50 micrómetros de espesor que se había sellado térmicamente al aluminio. Se preparó entonces un segundo electrodo de la misma manera. Se añadieron a cada electrodo dos gotas de electrolito que comprendía tetrafluoroborato de tetraetilenamonio 1,8 M en acetonitrilo. Cada electrodo se cubrió con un separador de polipropileno poroso de 2,1 cm (0,825 pulgadas) de diámetro. Las dos mitades de los electrodos se intercalaron con los separadores uno frente al otro y toda la estructura se prensó en caliente.
- 30

5 Cuando finalizó, el condensador estaba listo para las pruebas eléctricas con un potenciómetro/generador de funciones/analizador de respuesta de frecuencia. La capacitancia se midió mediante un método de descarga de corriente constante, que comprende aplicar un pulso de corriente durante una duración conocida y medir el perfil de voltaje resultante. Al elegir un tiempo y un voltaje final dados, la capacitancia se calculó a partir de lo siguiente  $C = It/\Delta V$ , donde  $C$  = capacitancia,  $I$  = corriente,  $t$  = tiempo hasta alcanzar el voltaje deseado y  $\Delta V$  = la diferencia de voltaje entre los voltajes inicial y final. La capacitancia específica basada en el peso y el volumen de los dos electrodos de carbono se obtuvo dividiendo la capacitancia por el peso y el volumen, respectivamente. Estos datos se presentan en la Tabla 11 para descargas entre 2,7 y 1,89 V.

## 10 Tabla 11

Resumen de los parámetros de rendimiento de la capacitancia	
Parámetros de rendimiento de capacitancia	Valor medido
Potencia gravimétrica*	13,1 W/g
Potencia volumétrica*	8,7 W/cm <sup>3</sup>
Energía gravimétrica*	4,8 Wh/kg
Energía volumétrica*	3,2 Wh/litro
Capacitancia gravimétrica con $RC=5$ **	22 F/g
Capacitancia volumétrica con $RC=5$ **	15 F/cm <sup>3</sup>
Capacitancia gravimétrica con $RC=20$ ‡	27 F/g
Capacitancia volumétrica con $RC=20$ ‡	18 F/cm <sup>3</sup>

\* Por descarga de corriente constante de 2,7 a 1,89 voltios con TEATFB en AN, constante de tiempo de 0,5 segundos. \*\* Por descarga de corriente constante de 2,7 a 0,1 V, constante de tiempo de 5 segundos. ‡ Por descarga de corriente constante de 2,7 a 0,1 V, constante de tiempo de 20 segundos.

## Ejemplo 20

## 15 Preparación de carbono activado sintético ultrapuro

20 El material de carbono sintético pirolizado tal como se describe en el ejemplo 12 se activó mediante incubación a 900 °C en un tubo de silice (9,5 cm [3,75 pulgadas] de diámetro interior) con un caudal de CO<sub>2</sub> de 15 l/min, para lograr una pérdida de peso final (en comparación con el carbono pirolizado inicial) de aproximadamente el 55 %.

25 20 El área de superficie del gel desecado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida utilizando el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 2000 m<sup>2</sup>/g. El volumen de poro medido (Dv50) del carbono activado sintético ultrapuro tenía un tamaño de poro de aproximadamente 1,8 nm. El volumen de poro medido (Dv5) del carbono activado sintético ultrapuro tenía un tamaño de poro de aproximadamente 0,5 nm. El volumen total de poro medido del carbono activado sintético ultrapuro fue de 1,42 cm<sup>3</sup>/g.

## Ejemplo 21

## 30 Micronización de carbono activado sintético ultrapuro

35 30 El carbono activado sintético ultrapuro del ejemplo 20 se molvió a chorro usando un molino a chorro Jet Pulverizer Micron Master de 5,1 cm (2 pulgadas) de diámetro. Las condiciones eran aproximadamente 0,3 kg (0,7 libras) de carbono activado sintético ultrapuro por hora, un flujo de gas nitrógeno de aproximadamente 0,58 m<sup>3</sup> (20 scf) por minuto y una presión de aproximadamente 0,68 Mpa (100 psi). El tamaño promedio de partícula (Dv50) después de la molienda por chorro fue de aproximadamente 6 micrómetros. El Dv95 después de la molienda por chorro era de aproximadamente 19 micrómetros. El contenido total de cenizas medido del carbono activado sintético ultrapuro fue del 0,008 %. La densidad de captación medida del carbono activado sintético ultrapuro fue de 0,22 g/cm<sup>3</sup>.

## 40 Ejemplo 22

Dispositivo condensador eléctrico de doble capa que comprende carbono activado sintético ultrapuro

45 40 El carbono activado sintético ultrapuro del ejemplo 21 se usó como material de electrodo para un dispositivo condensador eléctrico de doble capa como se describe a continuación.

Los electrodos del condensador comprendían 99 partes en peso de partículas de carbono (tamaño promedio de partícula de 5 a 15 micrómetros) y 1 parte en peso de teflón. El carbono y el teflón se Trituraron en un mortero hasta

que el teflón se distribuyó bien y el material compuesto tuvo cierta integridad física. Después de mezclar, el material compuesto se enrolló en una lámina plana de aproximadamente 50 micrómetros de espesor. Se perforaron discos de electrodos, de aproximadamente 1,59 cm de diámetro, para extraerlos de la lámina. Los electrodos se colocaron en un horno de vacío conectado a una caja seca y se calentaron durante 12 horas a 195 °C. Esto eliminó el agua adsorbida de la atmósfera durante la preparación del electrodo. Tras el secado, los electrodos se dejaron enfriar a temperatura ambiente, la atmósfera del horno se llenó con argón y los electrodos se trasladaron a la caja seca donde se fabricaron los condensadores. Se colocó un electrodo de carbono en una cavidad formada por un disco de papel de aluminio recubierto de carbono de 2,54 cm (1 pulgada) de diámetro y un anillo de junta de polietileno de 50 micrómetros de espesor que se había sellado térmicamente al aluminio. Se preparó entonces un segundo electrodo de la misma manera. Se añadieron a cada electrodo dos gotas de electrolito que comprendía tetrafluoroborato de tetraetilenamonio 1,8 M en acetonitrilo. Cada electrodo se cubrió con un separador de polipropileno poroso de 2,1 cm (0,825 pulgadas) de diámetro. Las dos mitades de los electrodos se intercalaron con los separadores uno frente al otro y toda la estructura se prensó en caliente.

#### 15 Ejemplo 23

Rendimiento electroquímico de un dispositivo condensador eléctrico de doble capa que comprende carbono activado sintético ultrapuro

20 El dispositivo descrito en el ejemplo 22 se sometió a pruebas eléctricas con un potenciómetro/generador de funciones/analizador de respuesta de frecuencia. La capacitancia se midió mediante un método de descarga de corriente constante, que comprende aplicar un pulso de corriente durante una duración conocida y medir el perfil de voltaje resultante a lo largo del tiempo. Al elegir un tiempo y un voltaje final dados, la capacitancia se calculó a partir de lo siguiente  $C = It/\Delta V$ , donde  $C$  = capacitancia,  $I$  = corriente,  $t$  = tiempo hasta alcanzar el voltaje deseado y  $\Delta V$  = la diferencia de voltaje entre los voltajes inicial y final. La capacitancia específica basada en el peso y el volumen de los dos electrodos de carbono se obtuvo dividiendo la capacitancia por el peso y el volumen, respectivamente. Estos datos se presentan en la Tabla 12 para descargas entre 2,7 y 1,89 V.

30 Tabla 12

Parámetros de rendimiento de capacitancia de un EDLC que comprende carbono activado sintético ultrapuro	
Parámetros de rendimiento de capacitancia	Valor medido
Potencia gravimétrica*	28,8 W/g
Potencia volumétrica*	14,4 W/cm³
Energía gravimétrica*	7,4 Wh/kg
Energía volumétrica*	3,7 Wh/litro
Capacitancia gravimétrica con RC=5 **	28 F/g
Capacitancia volumétrica con RC=5 **	14 F/cm³
Capacitancia gravimétrica con RC=20 ‡	29 F/g
Capacitancia volumétrica con RC=20 ‡	14 F/cm³

\* Por descarga de corriente constante de 2,7 a 1,89 voltios con TEATFB en AN, constante de tiempo de 0,5 segundos. \*\* Por descarga de corriente constante de 2,7 a 0,1 V, constante de tiempo de 5 segundos.  
 ‡ Por descarga de corriente constante de 2,7 a 0,1 V, constante de tiempo de 20 segundos.

#### Ejemplo 24

35 Rendimiento electroquímico de dispositivos condensadores eléctricos de doble capa que comprenden carbono activado comercializado

40 A modo de comparación, los dispositivos también se construyeron a partir de otros dos carbonos activados comercializados: Muestra n.º 6 y muestra n.º 7. La potencia gravimétrica y volumétrica y los datos de rendimiento energético gravimétrico y volumétrico de estos carbonos de comparación se presentan en la Tabla 13 para descargas entre 2,7 y 1,89 V.

Tabla 13

<u>Parámetros de rendimiento de capacitancia para carbonos de comparación</u>		
Parámetros de rendimiento de capacitancia	Muestra de valores medidos 6	Muestra de valores medidos 7
Potencia gravimétrica*	11,2 W/g	7,7 W/g
Potencia volumétrica*	7,2 W/cm <sup>3</sup>	6,2 W/cm <sup>3</sup>
Energía gravimétrica*	3,5 Wh/kg	3,0 Wh/kg
Energía volumétrica*	2,2 Wh/litro	2,4 Wh/litro

\* Por descarga de corriente constante de 2,7 a 1,89 voltios con TEATFB en acetonitrilo (AN), constante de tiempo de 0,5 segundos.

## Ejemplo 25

- 5 Rendimiento electroquímico de dispositivos condensadores eléctricos de doble capa que comprenden carbono activado comercializado en comparación con el dispositivo que comprende carbono activado sintético ultrapuro en condiciones de retención de voltaje
- 10 A modo de comparación, los dispositivos se construyeron a partir de carbono activado sintético ultrapuro, como se describe en la presente memoria, o de un carbono activado comercializado.
- Muestra n.º 6. El carbono activado sintético ultrapuro se produjo como se describe a continuación.
- 15 La muestra n.º 8 de carbono activado sintético ultrapuro se produjo a partir de un gel polimérico ultrapuro RF preparado según los métodos descritos (es decir, un sistema de disolvente binario compuesto por agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio) que se congeló, descongeló, se volvió a congelar en una bandeja del liofilizador a aproximadamente -30 °C y, a continuación, se secó al vacío. El gel polimérico ultrapuro desecado se pirolizó a continuación a 850 °C en atmósfera de gas nitrógeno, seguido de activación a 950 °C en flujo de gas CO<sub>2</sub>, según los procesos descritos en la presente memoria. El carbono activado sintético ultrapuro así producido tenía una densidad aparente de aproximadamente 0,42 g/cm<sup>3</sup>, un área de superficie específica de aproximadamente 1836 m<sup>2</sup>/g, un volumen total de poros de aproximadamente 0,95 cm<sup>3</sup>/g, una fracción volumétrica de poros de aproximadamente el 54 % para los poros con un diámetro de 20 nm o menos respecto al volumen total de poros, una fracción volumétrica de poros de aproximadamente el 82 % para los poros con un diámetro de 100 nm o menos respecto al volumen de poros total, una fracción de área de superficie de poros de aproximadamente el 81 % para los poros con un diámetro de 20 nm o menos con respecto a la superficie porosa total y una fracción de área de superficie de poros de aproximadamente el 97 % para los poros con un diámetro de 100 nm o menos respecto al área total de la superficie porosa.
- 20 La muestra n.º 9 de carbono activado sintético ultrapuro se produjo a partir de un gel polimérico ultrapuro RF preparado según los métodos descritos (es decir, un sistema de disolvente binario compuesto de agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio) que se congeló sumergiendo partículas de gel polimérico ultrapuro RF en nitrógeno líquido, secando al vacío y luego pirolizando en un horno rotatorio donde la temperatura del horno tiene tres zonas calientes ajustadas a temperaturas de 650 °C, 850 °C y 850 °C, respectivamente, y el material se sometió a pirólisis bajo un flujo de gas nitrógeno seguido de activación a 950 °C bajo un flujo de gas CO<sub>2</sub>, según los procesos descritos en la presente memoria. El carbono activado sintético ultrapuro tenía una densidad aparente de aproximadamente 0,42 g/cm<sup>3</sup>, un área de superficie específica de aproximadamente 2148 m<sup>2</sup>/g, un volumen total de poros superior a aproximadamente 0,93 cm<sup>3</sup>/g, una fracción volumétrica de poros de aproximadamente el 72 % para los poros con un diámetro de 20 nm o menos respecto al volumen total de poros, una fracción volumétrica de poros superior a aproximadamente el 99 % para los poros con un diámetro de 100 nm o menos con respecto al volumen total de poros, una fracción de área de superficie de poros de aproximadamente el 80 % para poros con un diámetro de 20 nm o menos con respecto a la superficie total de poros, y una fracción de área de superficie de poros superior a aproximadamente el 99 % para poros con un diámetro de 100 nm o menos respecto al área de superficie de poros total.
- 25 Los dispositivos se sometieron a una retención de voltaje a 2,7 V durante 24 horas a 65 °C. Después, los dispositivos se probaron para determinar su capacitancia a partir de una descarga de corriente constante entre 2,7 y 1,89 V a densidades de corriente de 0,5 A/g, 1 A/g, 4 A/g y 8 A/g (disolvente acetonitrilo, electrolito TEATFB).
- 30 Los datos de la capacitancia gravimétrica relativa restante en comparación con antes del proceso de retención de voltaje se presentan en la Tabla 14 (Muestra n.º 6) y en la Tabla 15 y la Tabla 16 (para las muestras 8 y 9 de carbono activado sintético ultrapuro, respectivamente). Los datos muestran una disminución drástica en la capacitancia volumétrica después del proceso de retención de voltaje para el carbono activado comercializado. Por el contrario, la disminución del rendimiento del dispositivo que contenía carbono activado sintético ultrapuro fue mucho menor.
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55

Tabla 14

Parámetros de rendimiento de capacitancia para la muestra n.º 6			
Muestra	Densidad de corriente (A/g)	% de capacitancia antes de la retención de voltaje	% de capacitancia después de la retención de voltaje
Muestra n.º 6	0,5	100 %	69 %
	1	100 %	60 %
	4	100 %	20 %
	8	100 %	0,6 %

Tabla 15

Parámetros de rendimiento de capacitancia para el carbono activado sintético ultrapuro n.º 8			
Muestra	Densidad de corriente (A/g)	% de capacitancia antes de la retención de voltaje	% de capacitancia después de la retención de voltaje
Carbono activado sintético ultrapuro n.º 8	0,5	100 %	91 %
	1	100 %	87 %
	4	100 %	58 %
	8	100 %	18 %

5 Tabla 16

Parámetros de rendimiento de capacitancia para el carbono sintético ultrapuro n.º 9			
Muestra	Densidad de corriente (A/g)	% de capacitancia antes de la retención de voltaje	% de capacitancia después de la retención de voltaje
Carbono activado sintético ultrapuro n.º 9	0,5	100 %	89 %
	1	100 %	85 %
	4	100 %	68 %
	8	100 %	54 %

Ejemplo 26

- 10 Rendimiento electroquímico de dispositivos condensadores eléctricos de doble capa que comprenden carbono activado comercializado en comparación con el dispositivo que comprende carbono activado sintético ultrapuro en condiciones de retención de voltaje
- 15 A modo de comparación, los dispositivos se construyeron a partir de carbono activado sintético ultrapuro, como se describe en la presente memoria, o de un carbono activado comercializado: Muestra n.º 6. El carbono activado sintético ultrapuro se produjo como se describe a continuación.
- 20 La muestra n.º 10 de carbono activado sintético ultrapuro se produjo a partir de un gel polimérico ultrapuro RF, preparado según los métodos descritos (es decir, un sistema de disolvente binario compuesto de agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio), que se congeló en una bandeja del liofilizador a aproximadamente -50 °C y luego se secó al vacío. El gel polimérico ultrapuro desecado se pirolizó a continuación a 850 °C en atmósfera de gas nitrógeno, seguido de activación a 900 °C en flujo de gas CO<sub>2</sub>, según los procesos descritos en la presente memoria. El carbono activado sintético ultrapuro así producido tenía una densidad aparente de aproximadamente 0,307 g/cm<sup>3</sup>, un área de superficie específica de aproximadamente 1600 m<sup>2</sup>/g, un volumen total de poros de aproximadamente 1,02 cm<sup>3</sup>/g, una fracción volumétrica de poros de aproximadamente el 59 % para los poros con un diámetro de 2 nm o menos respecto al volumen total de poros, una fracción volumétrica de poros de aproximadamente el 76 % para los poros con un diámetro de 10 nm o menos con respecto al volumen total de poros, una fracción de área de superficie de poros de aproximadamente el 94 % para poros con un diámetro de 2 nm o menos con respecto a la superficie total de poros, y una fracción de área de superficie de poros de aproximadamente el 98 % para poros con un diámetro de 10 nm o menos respecto al área de superficie de poros total.
- 25 Los dispositivos se sometieron a una retención de voltaje a 3,5 V durante 25 horas a temperatura ambiente. A continuación, los dispositivos se probaron para determinar su capacitancia a partir de una descarga de corriente constante entre 3,5 y 0,1 V a corrientes constantes de 1, 10, 50 mA (disolvente carbonato de propileno, electrolito TEATFB).
- 30 Los datos de la capacitancia volumétrica relativa restante en comparación con antes del proceso de retención de voltaje se presentan en la Tabla 17 (para la Muestra n.º 6) y la Tabla 18 (para la Muestra n.º 10 de carbono activado
- 35

sintético ultrapuro). Los datos muestran una disminución drástica en la capacitancia volumétrica después del proceso de retención de voltaje para el carbono activado comercializado. Por el contrario, la disminución del rendimiento del dispositivo que contenía carbono activado sintético ultrapuro fue mucho menor.

5 Tabla 17

Parámetros de rendimiento de capacitancia para la muestra n.º 6			
Muestra	Corriente de descarga (mA)	% de capacitancia antes de la retención de voltaje	% de capacitancia después de la retención de voltaje
Muestra n.º 6	1	100 %	59 %
	10	100 %	63 %
	50	100 %	3 %

Tabla 18

Parámetros de rendimiento de capacitancia para el carbono activado sintético ultrapuro Muestra n.º 10			
Muestra	Corriente de descarga (mA)	% de capacitancia antes de la retención de voltaje	% de capacitancia después de la retención de voltaje
Sintético ultrapuro	1	100 %	101 %
Carbono activado n.º 10	10	100 %	72 %
	50	100 %	59 %

10 Ejemplo 27  
 Rendimiento electroquímico de los dispositivos condensadores eléctricos de doble capa que comprenden carbono activado comercializado en comparación con el dispositivo que comprende carbono activado sintético ultrapuro en condiciones cíclicas

15 A modo de comparación, los dispositivos se construyeron a partir de materiales de carbono activado sintéticos ultrapuros tal como se describe en la presente memoria o de un carbono activado comercializado: Muestra n.º 6. Los datos de potencia gravimétrica y volumétrica y de rendimiento energético gravimétrico y volumétrico para estos carbonos comercializados se presentan en la Tabla 13 para descargas entre 2,7 y 1,89 V. El carbono activado sintético ultrapuro se produjo como se describe a continuación.

20 La muestra n.º 11 de carbono activado sintético ultrapuro se produjo a partir de un gel polimérico ultrapuro RF, preparado según los métodos descritos (es decir, un sistema de disolvente binario compuesto de agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio), que se trituró en partículas, se congeló en una bandeja del liofilizador a aproximadamente -30 °C, se secó al vacío y luego se pirolizó a 850 °C en gas nitrógeno, seguido de la activación a 900 °C bajo un flujo de gas CO<sub>2</sub>, según los procesos descritos en la presente memoria. El carbono activado sintético ultrapuro tenía una densidad aparente de aproximadamente 0,28 g/cm<sup>3</sup>, un área de superficie específica de aproximadamente 1754 m<sup>2</sup>/g, un volumen total de poros de aproximadamente 1,15 cm<sup>3</sup>/g, una fracción volumétrica de poros de aproximadamente el 53 % para los poros con un diámetro de 20 nm o menos respecto al volumen total de poros, una fracción volumétrica de poros de aproximadamente el 76 % para los poros con un diámetro de 100 nm o menos con respecto al volumen total de poros, una fracción de área de superficie de poros de aproximadamente el 91 % para poros con un diámetro de 20 nm o menos con respecto a la superficie total de poros, y una fracción de área de superficie de poros de aproximadamente el 99 % para poros con un diámetro de 100 nm o menos respecto al área de superficie de poros total.

25 Los dispositivos se sometieron a varios miles de ciclos entre 2 V y 1 V (disolvente acetonitrilo, electrolito TEATFB). Los datos demuestran que la muestra n.º 11 de carbono activado sintético ultrapuro, tal como se describe en la presente memoria, retiene el 99,78 % de su capacitancia original después de 3000 ciclos. Los datos demuestran que el electrodo de la muestra n.º 6 preparado exactamente de la misma manera ha retenido solo el 97,11 % de su capacitancia original después de 2600 ciclos. La degradación del 100 % al 99,78 % es casi perfectamente lineal en ambos casos, por lo que si se extrae a 10.000 ciclos, el carbono ultrapuro conservaría el 99,25 % de su capacitancia original y el condensador de la Muestra n.º 8 conservaría solo el 88,89 % de su capacitancia original. Esto indica que el carbono sintético ultrapuro es sustancialmente más estable en los primeros miles de ciclos en comparación con la Muestra n.º 6 (datos de ciclos a 4 A/g entre 2 V y 1 V en ACN). Como puede verse, el carbono sintético ultrapuro presenta una retención de capacitancia drásticamente mejorada después del ciclo en comparación con los carbonos no ultrapuros.

30 Ejemplo 28

Preparación de gel polimérico ultrapuro desecado

Según los métodos descritos en la presente memoria, se preparó un gel polimérico ultrapuro a partir de un sistema de disolventes binario compuesto por agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio. El material se colocó a continuación a temperatura elevada para permitir la gelificación para crear un gel polimérico ultrapuro.

Las partículas de gel polimérico ultrapuro se crearon a partir del gel polimérico ultrapuro y se pasaron por una trituradora Stedman Aurora equipada con cuchillas de acero inoxidable resistentes a la corrosión y una pantalla de 16,0 mm (5/8 pulgadas). Las partículas de gel polimérico ultrapuro se congelaron por inmersión en nitrógeno líquido y se cargaron en una bandeja de liofilización con una carga de 0,46 a 1,08 g/cm<sup>2</sup> (3 a 7 g/in<sup>2</sup>), y se liofilizaron. El tiempo de secado (según se deduce del tiempo que tarda el producto en alcanzar los 2 °C de la temperatura de almacenamiento) se relacionó con la carga del producto en la bandeja del liofilizador.

El área de superficie del gel desecado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad Micrometrics (modelo TriStar II). El área de superficie específica medida con el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 500 a 700 m<sup>2</sup>/g.

Ejemplo 29

Producción de material de carbono sintético pirolizado ultrapuro a partir de gel polimérico ultrapuro desecado

El gel desecado, tal como se describe en el ejemplo 28, se pirolizó haciéndolo pasar a través de un horno rotatorio (tubo metálico con revestimiento de mullita con un diámetro interior de 10,6 cm [4,18 pulgadas]) a 0,7 kg/h en zonas calientes con un gradiente de 680 a 850 °C con un flujo de gas nitrógeno de una velocidad de 4.250 l/h. La pérdida de peso tras la pirólisis fue de aproximadamente el 50 % al 52 %.

El área de superficie del gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida con el enfoque BET estándar estaba en el intervalo de aproximadamente 600 a 700 m<sup>2</sup>/g.

Ejemplo 30

Preparación de carbono activado sintético ultrapuro

El material de carbono sintético pirolizado tal como se describe en el ejemplo 29 se activó mediante incubación a 900 °C en un tubo de cuarzo (9,5 cm [3,75 pulgadas] de diámetro interior) con un caudal de CO<sub>2</sub> de 6,7 l/min, para lograr una pérdida de peso final (en comparación con el carbono pirolizado inicial) de aproximadamente el 55 %.

El área de superficie del material de carbono activado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida utilizando el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 2500 m<sup>2</sup>/g. El volumen de poro medido (Dv50) del carbono activado sintético ultrapuro tenía un tamaño de poro de aproximadamente 1,8 nm. El volumen de poro medido (Dv5) del carbono activado sintético ultrapuro tenía un tamaño de poro de aproximadamente 0,5 nm. El volumen total de poros medido del carbono activado sintético ultrapuro fue de 1,07 cm<sup>3</sup>/g.

Ejemplo 31

Dispositivo condensador eléctrico de doble capa que comprende carbono activado sintético ultrapuro

El carbono activado sintético ultrapuro del Ejemplo 30 se usó como material de electrodo para un dispositivo condensador eléctrico de doble capa como se describe a continuación.

Los electrodos del condensador comprendían 97 partes en peso de partículas de carbono (tamaño promedio de partícula de 5 a 15 micrómetros) y 3 partes en peso de teflón. El carbono y el teflón se trituraron en un mortero hasta que el teflón se distribuyó bien y el material compuesto tuvo cierta integridad física. Después de mezclar, el material compuesto se enrolló en una lámina plana de aproximadamente 50 micrómetros de espesor. Se perforaron discos de electrodos, de aproximadamente 1,59 cm de diámetro, para extraerlos de la lámina. Los electrodos se colocaron en un horno de vacío conectado a una caja seca y se calentaron durante 12 horas a 195 °C. Esto eliminó el agua adsorbida de la atmósfera durante la preparación del electrodo. Tras el secado, los electrodos se dejaron enfriar a temperatura ambiente, la atmósfera del horno se llenó con argón y los electrodos se trasladaron a la caja seca donde se fabricaron los condensadores.

En el ensamblaje de las celdas de monedas se usaron piezas estándar de acero inoxidable 2325. Se usó un disco de aluminio revestido con carbono de 1,6 cm (0,625 pulgadas) de diámetro como reductor de la resistencia de contacto en la tapa positiva. Un electrodo de carbono de 1,6 cm (0,625 pulgadas) de diámetro en la parte superior del disco de

aluminio se saturó con varias gotas de electrolito que comprendía tetrafluoroborato de tetraetilenamonio 1,0 M en acetonitrilo. A continuación, se colocaron dos piezas de separador poroso a base de celulosa con 2,1 cm (0,825 pulgadas) de NKK, Inc., sobre la parte superior del disco de carbono. A continuación, se colocó la segunda pieza de electrodo de carbono en el separador y se añadió una gota más de electrolito para humedecer la superficie superior.

5 Después de eso, el segundo reductor de resistencia de contacto de aluminio revestido de carbono se colocó en el electrodo. A continuación, se colocaron secuencialmente un separador y un resorte de acero inoxidable y toda la pila se cubrió con la tapa negativa con una arandela de polipropileno. A continuación, toda la pila de celdas se colocó en una engarzadora accionada por presión hidráulica y se engarzó durante 1 minuto a máxima presión para formar una celda de monedas sellada.

#### 10 Ejemplo 32

Rendimiento electroquímico de un dispositivo condensador eléctrico de doble capa que comprende carbono activado sintético ultrapuro

15 El dispositivo descrito en el ejemplo 31 se sometió a pruebas eléctricas con un potenciómetro/generador de funciones/analizador de respuesta de frecuencia. La capacitancia se midió mediante un método de descarga de corriente constante, que comprende aplicar un pulso de corriente durante una duración conocida y medir el perfil de voltaje resultante a lo largo del tiempo. Al elegir un tiempo y un voltaje final dados, la capacitancia se calculó a partir de lo siguiente  $C = It/\Delta V$ , donde  $C$  = capacitancia,  $I$  = corriente,  $t$  = tiempo hasta alcanzar el voltaje deseado y  $\Delta V$  = la diferencia de voltaje entre los voltajes inicial y final. La capacitancia específica basada en el peso y el volumen de los dos electrodos de carbono se obtuvo dividiendo la capacitancia por el peso y el volumen, respectivamente. Estos datos se presentan en la Tabla 19 para descargas entre 2,7 y 1,89 V.

#### 20 Tabla 19

Parámetros de rendimiento de capacitancia de un EDLC que comprende carbono activado sintético ultrapuro	
Parámetros de rendimiento de capacitancia	Valor medido
Potencia gravimétrica*	16,9 W/g
Potencia volumétrica*	11,7 W/cm <sup>3</sup>
Energía gravimétrica*	20,6 Wh/kg
Energía volumétrica*	14,3 Wh/litro
Capacitancia gravimétrica a 0,5 A/g	30,5 F/g
Capacitancia volumétrica a 0,5 A/g	21,4 F/cm <sup>3</sup>
Capacitancia gravimétrica a 1,0 A/g	29,6 F/g
Capacitancia volumétrica a 1,0 A/g	20,8 F/cm <sup>3</sup>
Capacitancia gravimétrica a 4,0 A/g	24,6 F/g
Capacitancia volumétrica a 4,0 A/g	17,2 F/cm <sup>3</sup>
Capacitancia gravimétrica a 8,0 A/g	18,7 F/g
Capacitancia volumétrica a 8,0 A/g	13,1 F/cm <sup>3</sup>

\* Por descarga de corriente constante de 2,7 a 1,89 voltios con TEATFB en AN.

#### Ejemplo 33

#### 30 Preparación de gel polimérico ultrapuro desecado

Según los métodos descritos en la presente memoria, se preparó un gel polimérico ultrapuro a partir de un sistema de disolventes binario compuesto por agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio. El material se colocó a continuación a temperatura elevada para permitir la gelificación y crear un gel polimérico ultrapuro. Las partículas de gel polimérico ultrapuro se crearon a partir del gel polimérico ultrapuro y se hicieron pasar a través de un tamiz de malla de 4750 micrómetros y dichas partículas de gel polimérico ultrapuro se cargaron en una bandeja de liofilización con una carga de 0,46 a 1,08 g/cm<sup>2</sup> (3 a 7 g/in<sup>2</sup>), se congelaron en una bandeja del liofilizador que se enfrió previamente a aproximadamente -40 °C y se liofilizaron.

40 El tiempo de secado (según se deduce del tiempo que tarda el producto en alcanzar los 2 °C de la temperatura de almacenamiento) estaba relacionado con la carga del producto en la bandeja del liofilizador.

El área de superficie del gel desecado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad Micrometrics (modelo TriStar II). El área de superficie específica medida con el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 500 a 600 m<sup>2</sup>/g.

5 Ejemplo 34

Producción de material de carbono sintético pirolizado ultrapuro a partir de gel polimérico ultrapuro desecado

10 El gel desecado descrito en el ejemplo 11 se pirolizó haciéndolo pasar a través de un horno rotatorio (tubo de cuarzo con un diámetro interior de 9,5 cm [3,75 pulgadas]) a 850 °C con un flujo de gas nitrógeno de 200 l/h. La pérdida de peso tras la pirólisis fue de aproximadamente el 52 %.

15 El área de superficie del gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida con el enfoque BET estándar estaba en el intervalo de aproximadamente 500 a 700 m<sup>2</sup>/g.

Ejemplo 35

Producción de carbono activado sintético ultrapuro

20 El material de carbono sintético pirolizado tal como se describe en el ejemplo 12 se activó en un proceso por lotes a través de un horno rotatorio (tubo de cuarzo con un diámetro interior de 9,5 cm [3,75 pulgadas]) a 900 °C con un caudal de CO<sub>2</sub> de 400 l/h, lo que dio como resultado una pérdida de peso total de aproximadamente el 45 %.

25 El área de superficie del carbono activado sintético ultrapuro se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida utilizando el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 1600 a 2000 m<sup>2</sup>/g. Este carbono se denominará en la presente memoria Muestra 4.

30 Ejemplo 36

Preparación de gel polimérico ultrapuro desecado

35 Según los métodos descritos en la presente memoria, se preparó un gel polimérico ultrapuro a partir de un sistema de disolventes binario compuesto por agua y ácido acético (75:25), resorcinol, formaldehído y acetato de amonio. El material se colocó a continuación a temperatura elevada para permitir la gelificación y crear un gel polimérico ultrapuro. Las partículas de gel polimérico ultrapuro se crearon a partir del gel polimérico ultrapuro y se hicieron pasar a través de un tamiz de malla de 4750 micrómetros, y dichas partículas de gel polimérico ultrapuro se cargaron en una bandeja del liofilizador con una carga de 0,46 a 1,08 g/cm<sup>2</sup> (3 a 7 g/in<sup>2</sup>), se congelaron en una bandeja del liofilizador que se enfrió previamente a aproximadamente -40 °C y se liofilizaron. El tiempo de secado (según se deduce del tiempo que tarda el producto en alcanzar los 2 °C de la temperatura de almacenamiento) estaba relacionado con la carga del producto en la bandeja del liofilizador.

45 El área de superficie del gel desecado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad Micrometrics (modelo TriStar II). El área de superficie específica medida con el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 500 a 700 m<sup>2</sup>/g.

Ejemplo 37

50 Producción de material de carbono sintético pirolizado ultrapuro a partir de gel polimérico ultrapuro desecado

El gel desecado descrito en el ejemplo 11 se pirolizó haciéndolo pasar a través de un horno rotatorio (tubo de cuarzo con un diámetro interior de 9,5 cm [3,75 pulgadas]) a 850 °C con un flujo de gas nitrógeno de 200 l/h. La pérdida de peso tras la pirólisis fue de aproximadamente el 52 %.

55 El área de superficie del gel polimérico ultrapuro desecado pirolizado se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida con el enfoque BET estándar estaba en el intervalo de aproximadamente 500 a 700 m<sup>2</sup>/g.

60 Ejemplo 38

Producción de carbono activado sintético ultrapuro

65 El material de carbono sintético pirolizado tal como se describe en el ejemplo 12 se activó en un proceso por lotes a través de un horno rotatorio (tubo de cuarzo con un diámetro interior de 9,5 cm [3,75 pulgadas]) a 900 °C con un caudal de CO<sub>2</sub> de 400 l/h, lo que dio como resultado una pérdida de peso total de aproximadamente el 44 %.

5 El área de superficie del carbono activado sintético ultrapuro se examinó mediante análisis de superficie de nitrógeno utilizando un analizador de área de superficie y porosidad. El área de superficie específica medida utilizando el enfoque BET estaba en el intervalo de aproximadamente 1600 a 2000 m<sup>2</sup>/g. Este carbono se denominará en la presente memoria Muestra 5.

Ejemplo 39

10 Medición de h, n, o del carbono activado sintético ultrapuro

10 El material sintético de carbono activado identificado como Muestra 1 se analizó para la determinación del H, N y O en Elemental Analysis, Inc. (Lexington, KY). Los datos mostraron que el contenido de hidrógeno era del 0,25 %, el contenido de nitrógeno era del 0,21 % y el contenido de oxígeno era del 0,53 %.

15 Las diversas realizaciones descritas anteriormente se pueden combinar para proporcionar otras realizaciones.

## REIVINDICACIONES

1. Un material de carbono amorfó sintético ultrapuro que comprende un contenido total de impurezas inferior a 500 ppm de elementos que tienen números atómicos que varían de 11 a 92, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones o en donde el contenido total de impurezas es inferior a 300 ppm, o preferiblemente inferior a 200 ppm o más preferiblemente inferior a 100 ppm, en donde el material de carbono comprende un área de superficie específica de BET de al menos 1000 m<sup>2</sup>/g.
- 5 2. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el contenido de cenizas del material de carbono es inferior al 0,03 %, calculado a partir de los datos de emisión de rayos X inducida por protones, o en donde el contenido de cenizas es inferior al 0,01 %, o preferiblemente inferior al 0,005 % o, más preferiblemente, inferior al 0,001 %.
- 10 3. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende menos de 3 ppm de hierro medido mediante emisión de rayos X inducida por protones o en donde el material de carbono comprende menos de 1 ppm de níquel, o en donde el material de carbono comprende menos de 5 ppm de azufre, o en donde el material de carbono comprende menos de 1 ppm de cromo, o en donde el material de carbono comprende menos de 1 ppm de cobre.
- 15 4. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende menos de 100 ppm de sodio, menos de 300 ppm de silicio, menos de 50 ppm de azufre, menos de 100 ppm de calcio, menos de 20 ppm de hierro, menos de 10 ppm de níquel, menos de 140 ppm de cobre, menos de 5 ppm de cromo y menos de 5 ppm de zinc, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones.
- 20 5. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende menos de 50 ppm de sodio, menos de 50 ppm de silicio, menos de 30 ppm de azufre, menos de 10 ppm de calcio, menos de 2 ppm de hierro, menos de 1 ppm de níquel, menos de 1 ppm de cobre, menos de 1 ppm de cromo y menos de 1 ppm de zinc, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones.
- 25 6. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende menos del 3,0 % de oxígeno, menos del 0,1 % de nitrógeno y menos del 0,5 % de hidrógeno, determinado mediante un análisis de combustión.
- 30 7. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende menos del 1,0 % de oxígeno, determinado mediante un análisis de combustión.
- 35 8. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende un criogel polimérico ultrapuro pirolizado.
- 40 9. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende un criogel polimérico ultrapuro activado.
- 45 10. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende un área de superficie específica de BET de al menos 1500 m<sup>2</sup>/g, al menos 2000 m<sup>2</sup>/g, al menos 2400 m<sup>2</sup>/g, al menos 2500 m<sup>2</sup>/g, al menos 2750 m<sup>2</sup>/g o al menos 3000 m<sup>2</sup>/g.
- 50 11. El material de carbono de la reivindicación 1, en donde el material de carbono comprende un volumen de poro de al menos 0,5 cm<sup>3</sup>/g, o al menos 0,7 cm<sup>3</sup>/g, o al menos 1,0 cm<sup>3</sup>/g, o al menos 1,4 cm<sup>3</sup>/g, o al menos 1,6 cm<sup>3</sup>/g.
- 55 12. Un dispositivo condensador eléctrico de doble capa (EDLC) que comprende:
- a)un electrodo positivo y un electrodo negativo en donde cada uno de los electrodos positivo y negativo comprende el material de carbono sintético ultrapuro de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11;
- b)un separador poroso inerte; y
- c)un electrolito;
- 60 en donde el electrodo positivo y el electrodo negativo están separados por el separador poroso inerte.
- 65 13. Un electrodo que comprende el material de carbono de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 y un aglutinante, en donde el material de carbono sintético ultrapuro amorfó comprende un contenido total de impurezas inferior a 500 ppm de elementos que tienen números atómicos que varían de 11 a 92, medido mediante emisión de rayos X inducida por protones.

14. Un método para fabricar el material de carbono amorfó sintético ultrapuro de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, comprendiendo el método hacer reaccionar uno o más precursores poliméricos, que comprenden compuestos fenólicos y compuestos aldehído en condiciones ácidas en presencia de un catalizador básico volátil para obtener un gel polimérico ultrapuro, y que comprende además:
- 5 (a)liofigilar el gel polimérico ultrapuro para obtener un criogel polimérico ultrapuro;  
(b)pirolizar el criogel polimérico ultrapuro para obtener un criogel ultrapuro pirolizado; y  
(c)activar el criogel ultrapuro pirolizado para obtener un material de carbono activado sintético ultrapuro.
- 10 15. El método de la reivindicación 14, en donde el uno o más precursores poliméricos comprenden resorcinol y formaldehído.

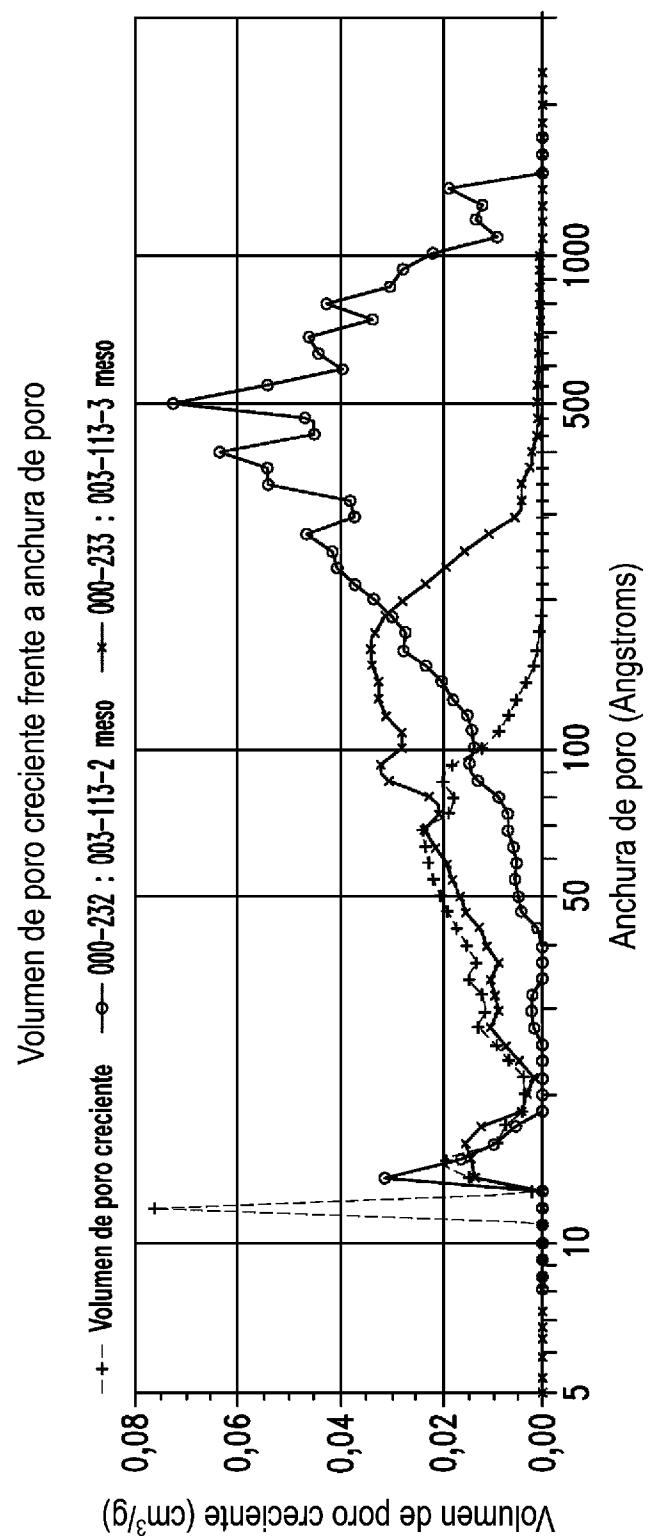


Figura 1

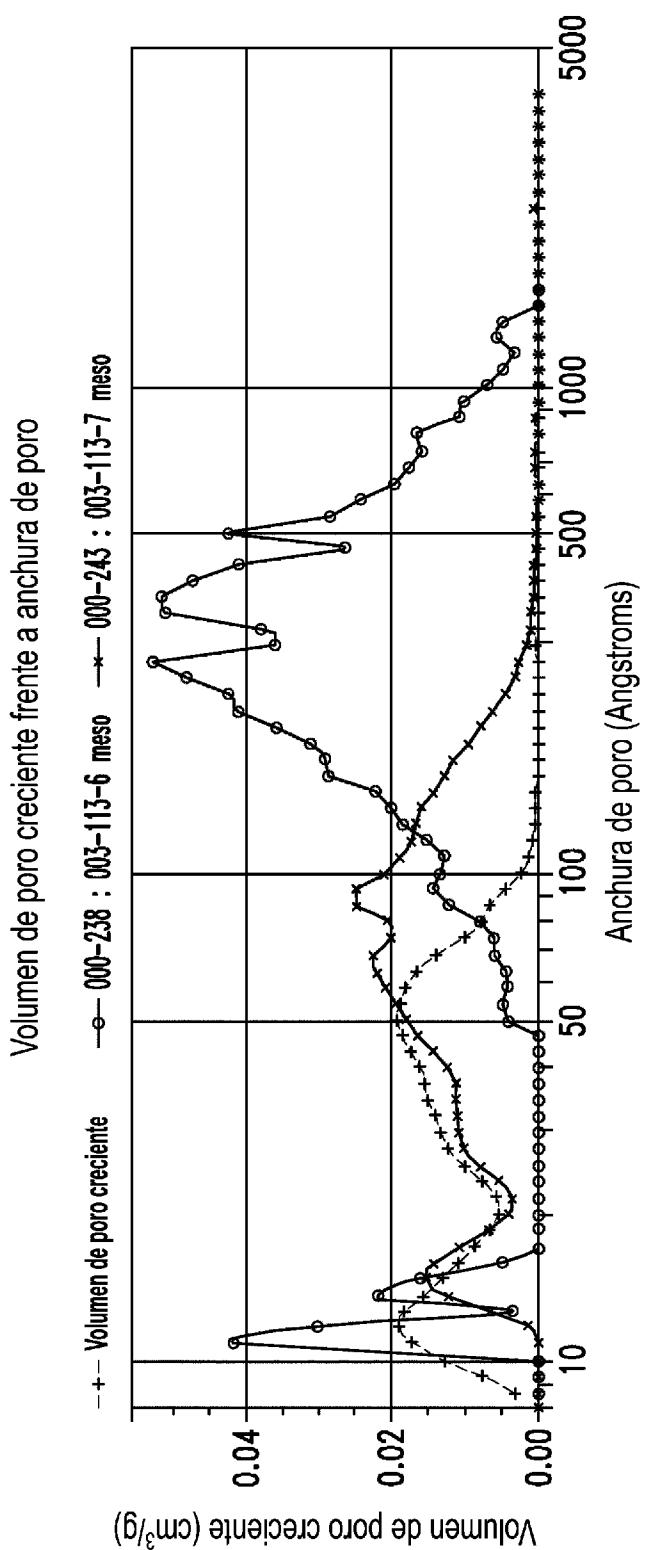


Figura 2

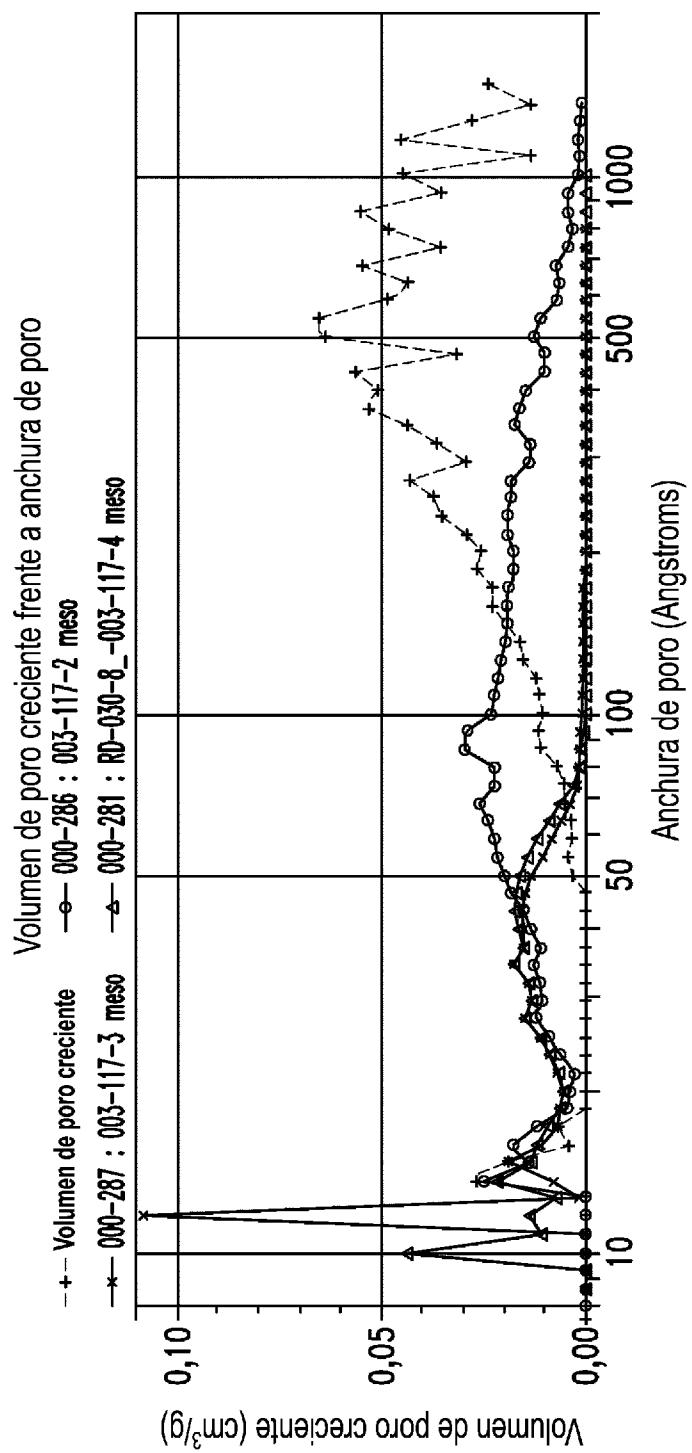


Figura 3

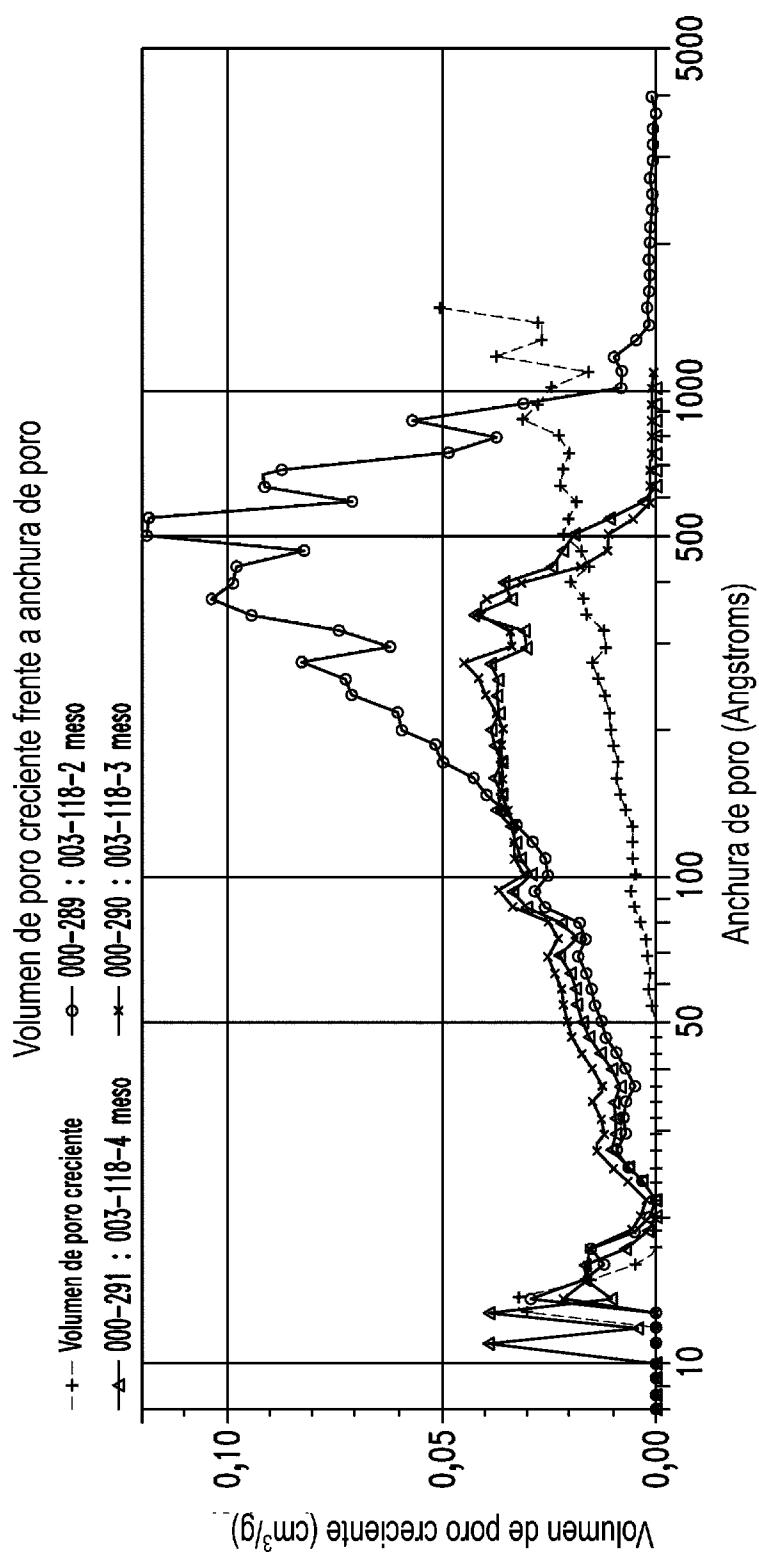


Figura 4

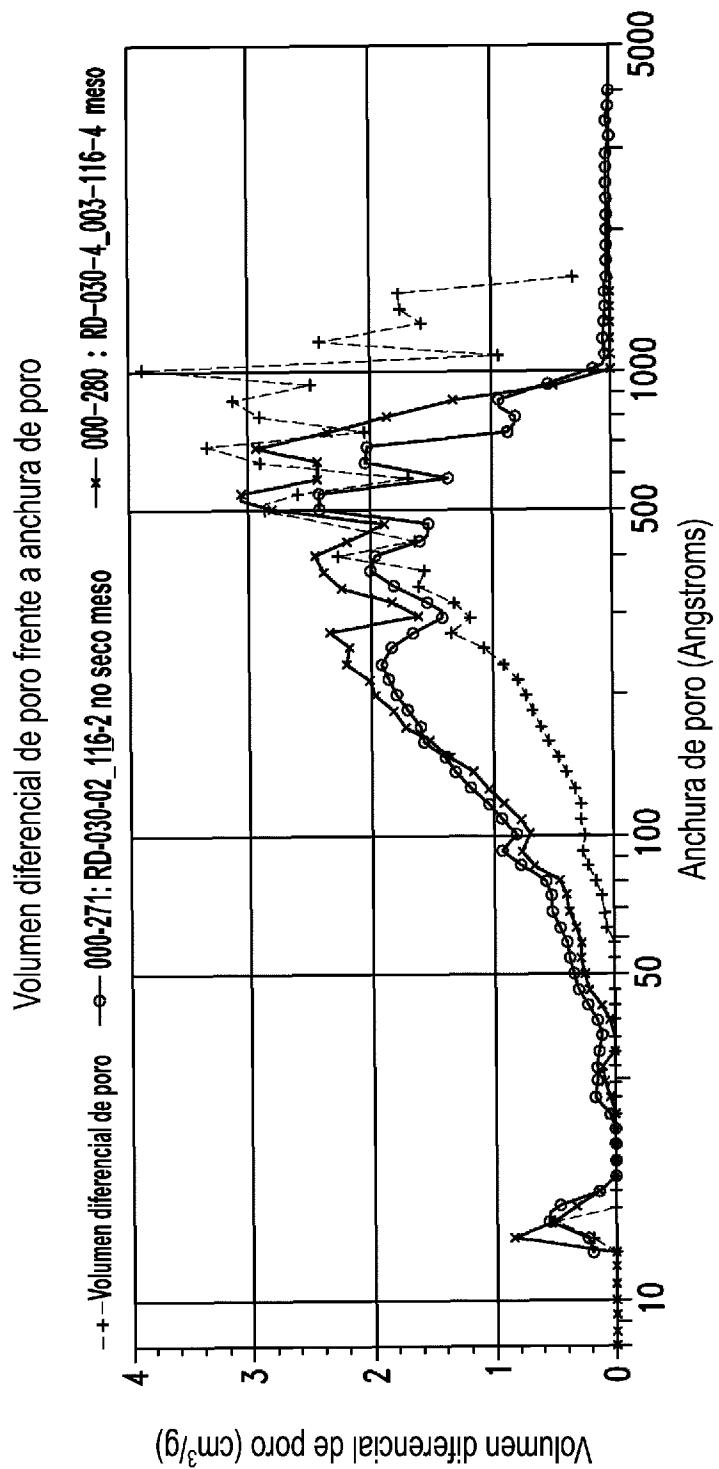


Figura 5

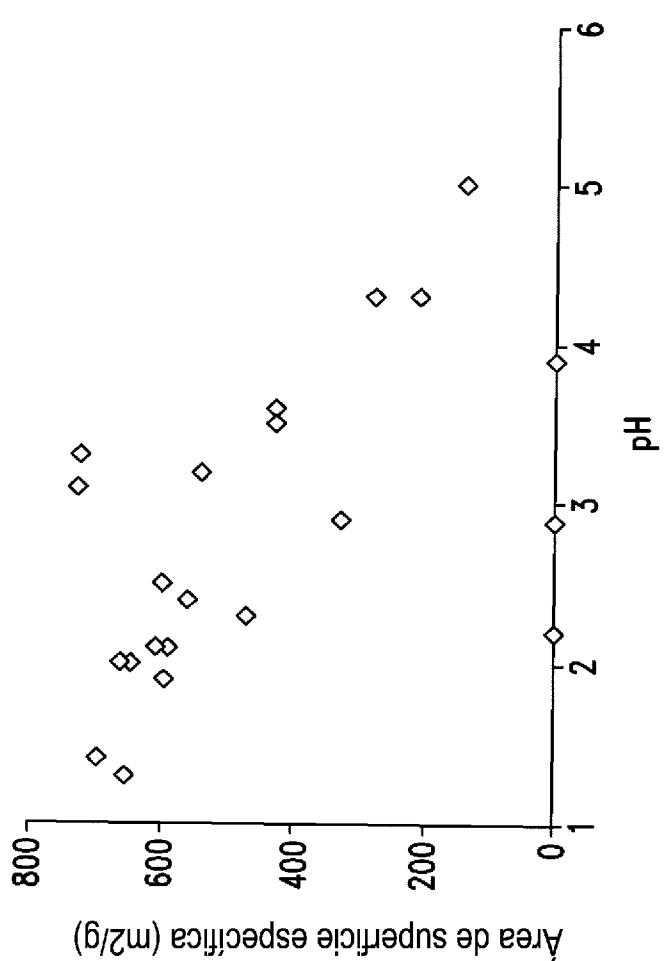


Figura 6

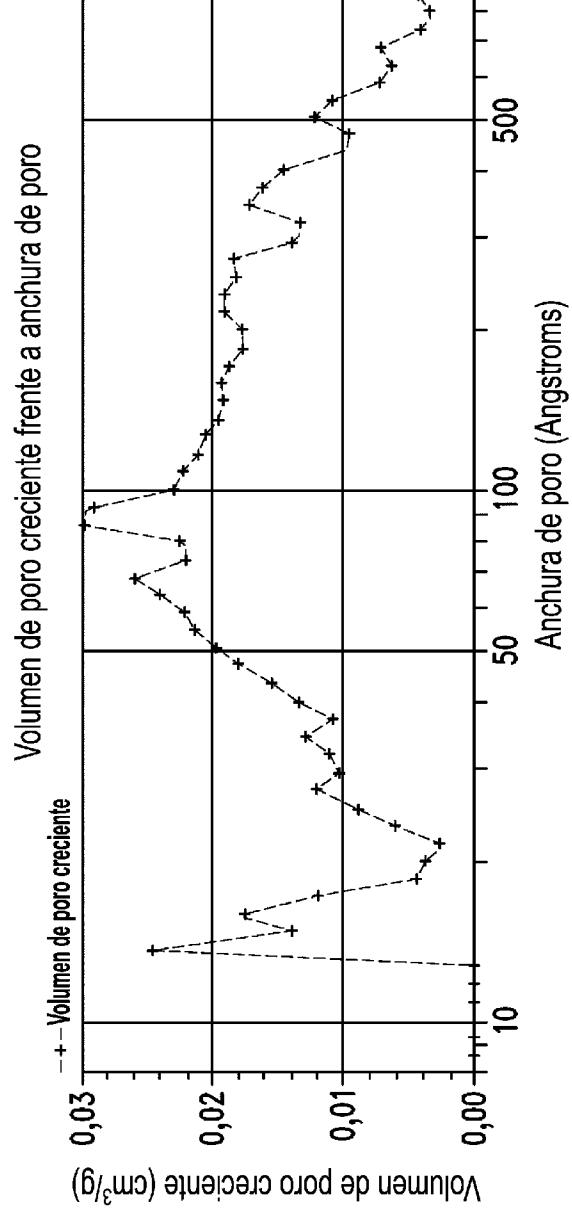
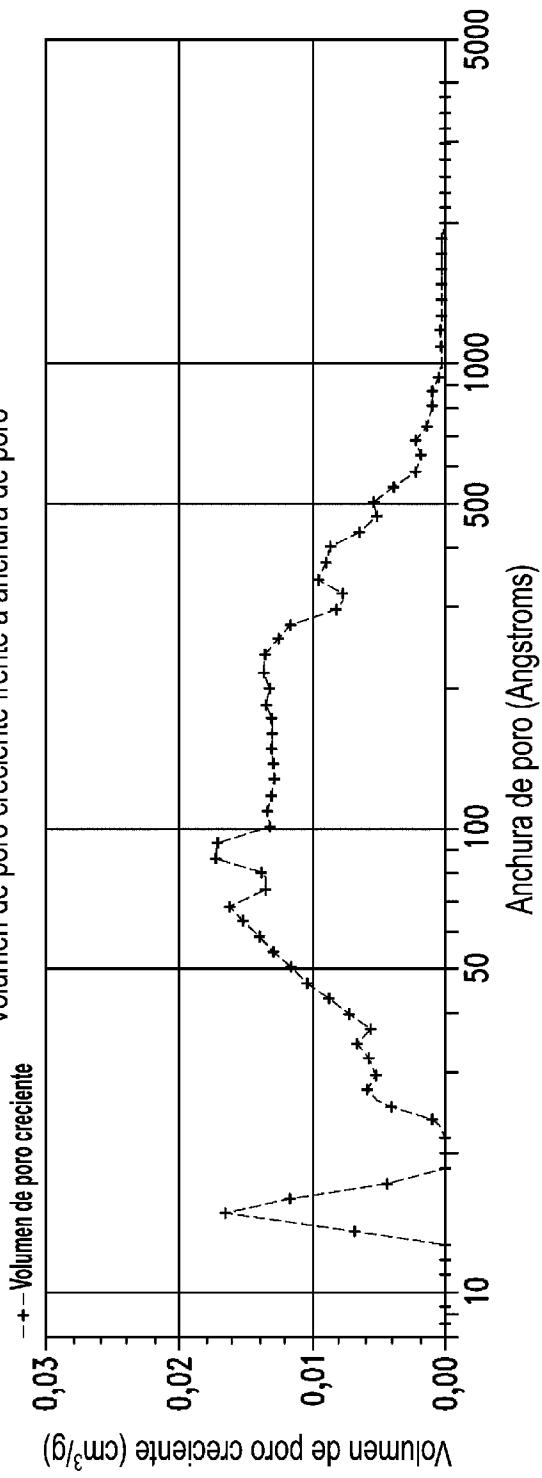
*Figura 7A**Figura 7B*

Figura 8A

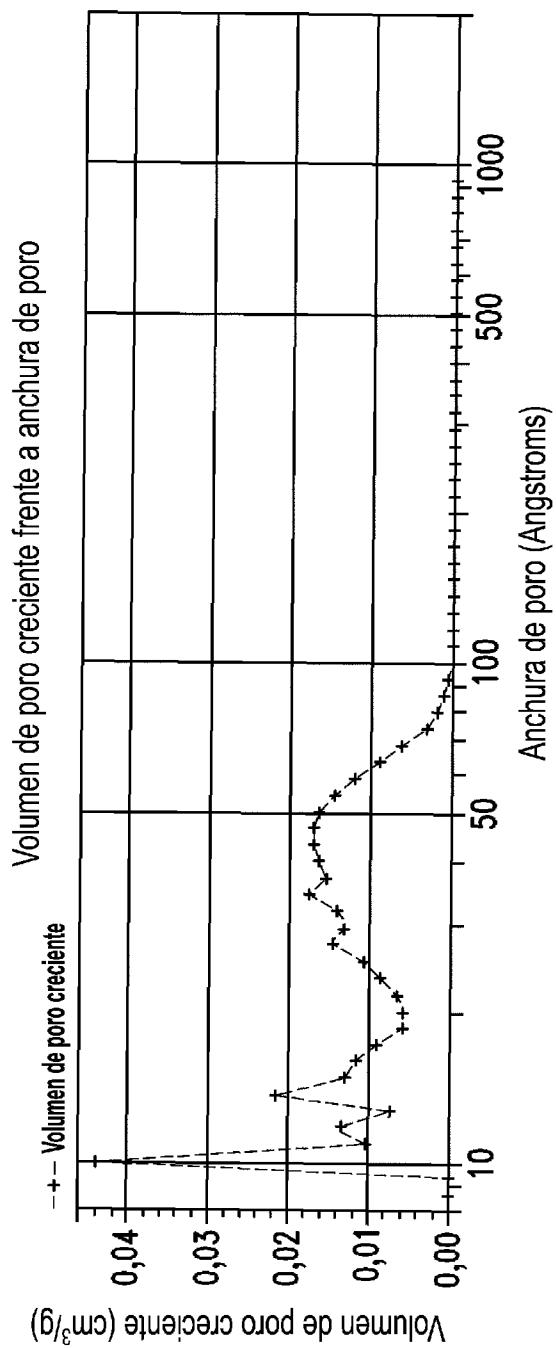
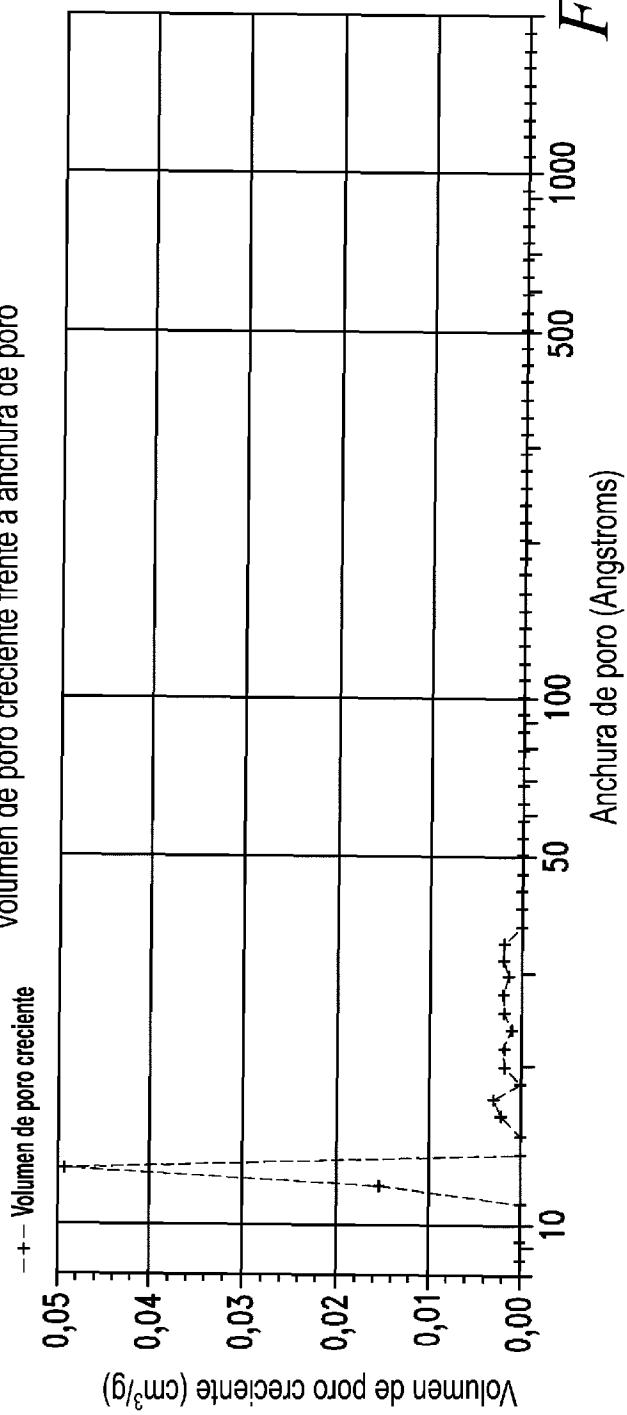


Figura 8B



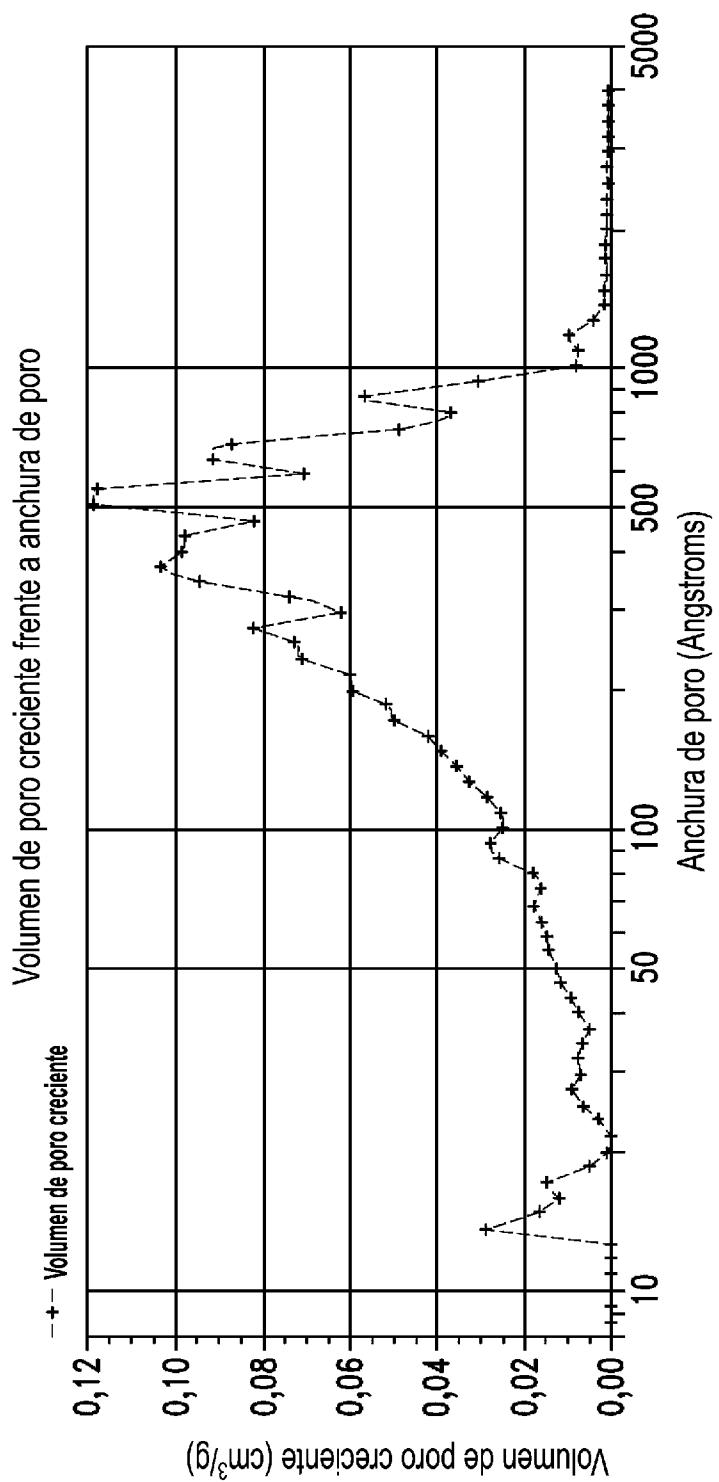


Figura 9A

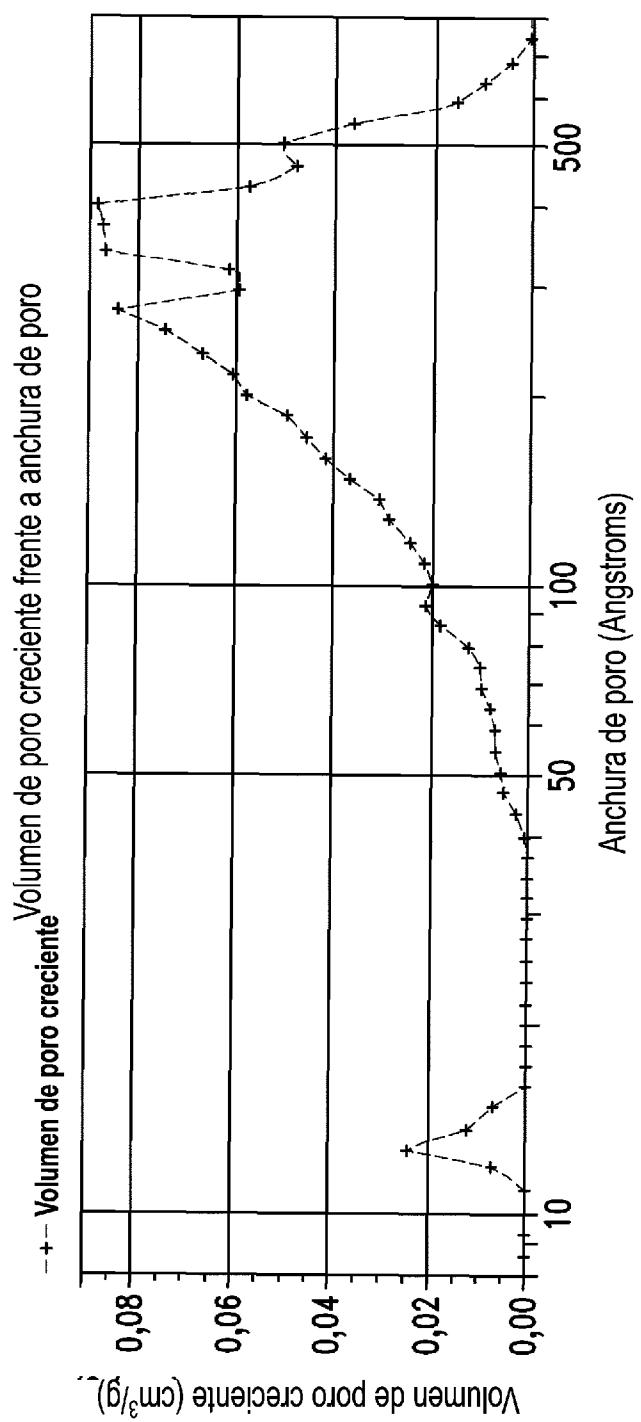


Figura 9B

—+— Volumen de poro creciente

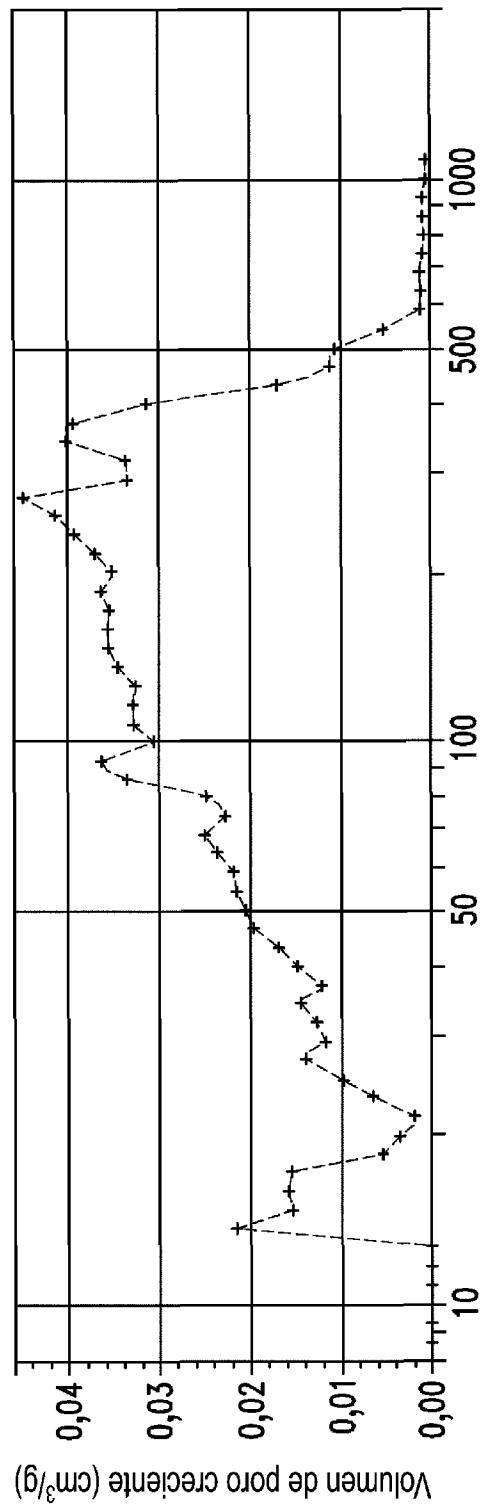


Figura 10A

—+— Volumen de poro creciente

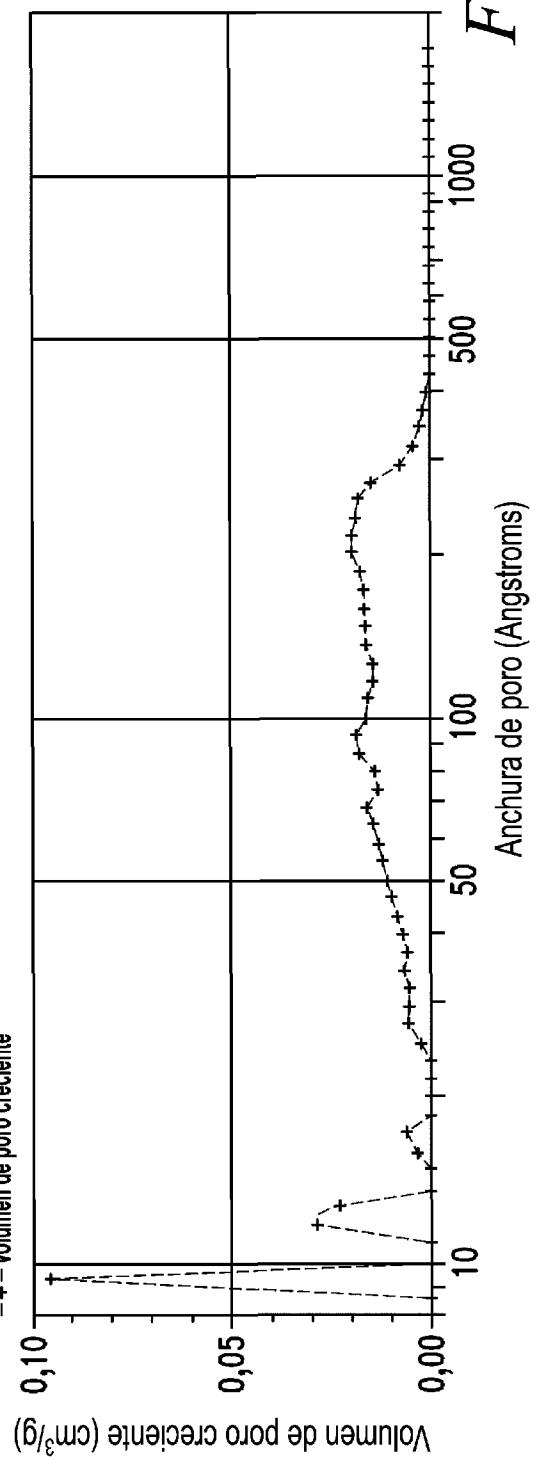


Figura 10B

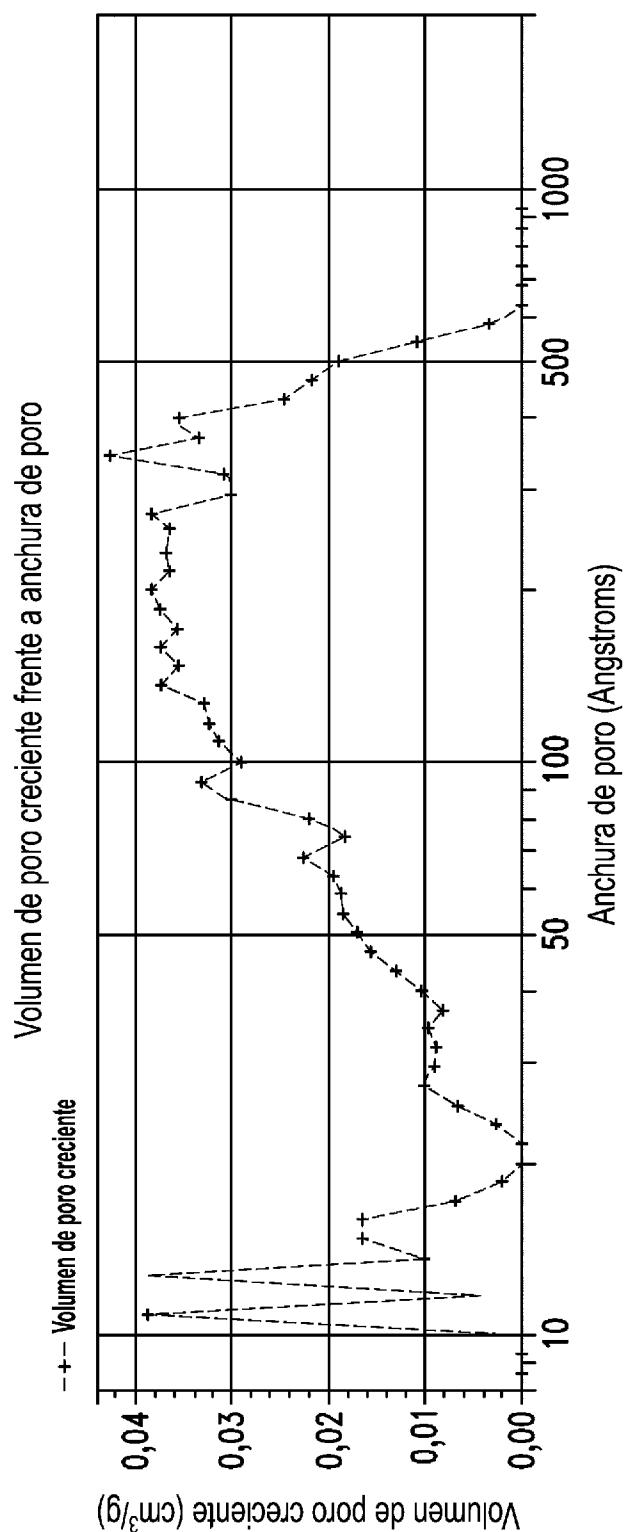


Figura 11A

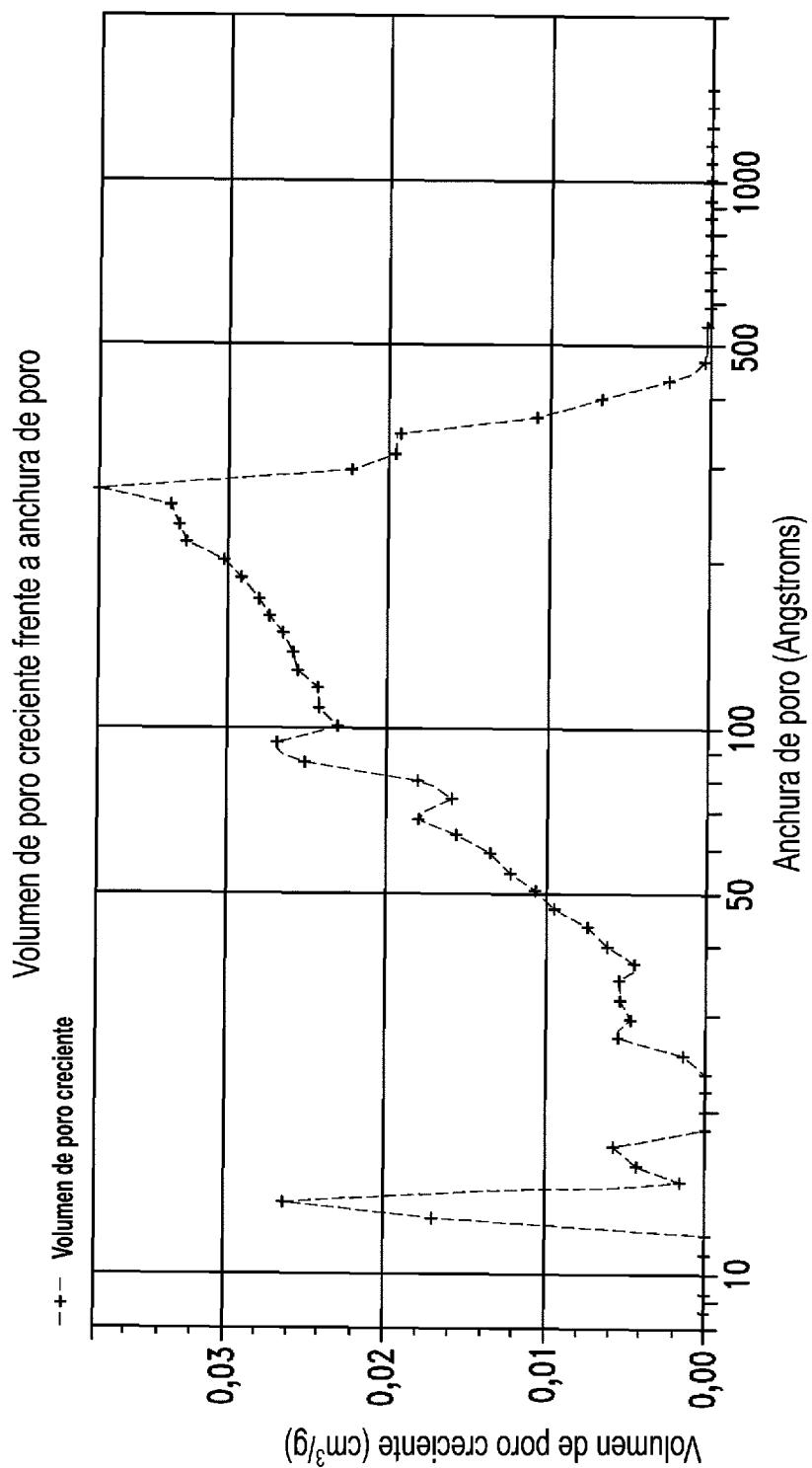


Figura 11B

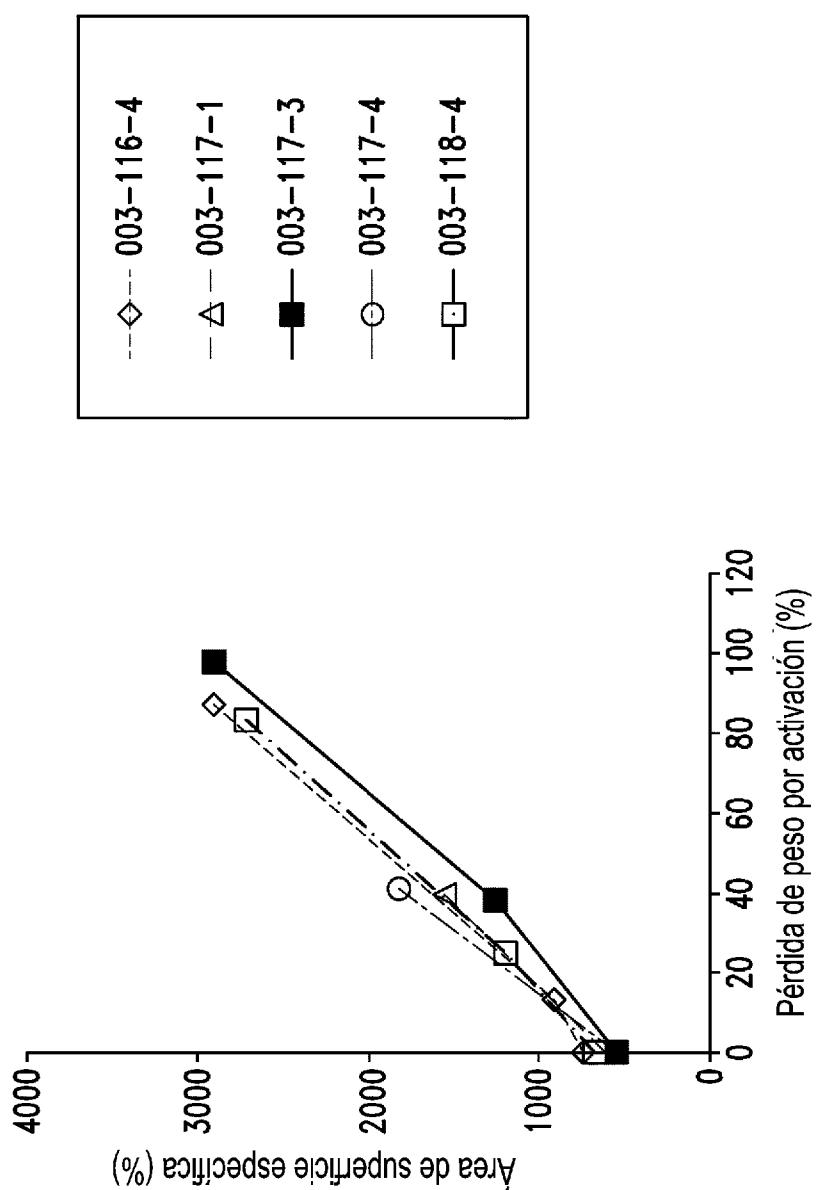


Figura 12

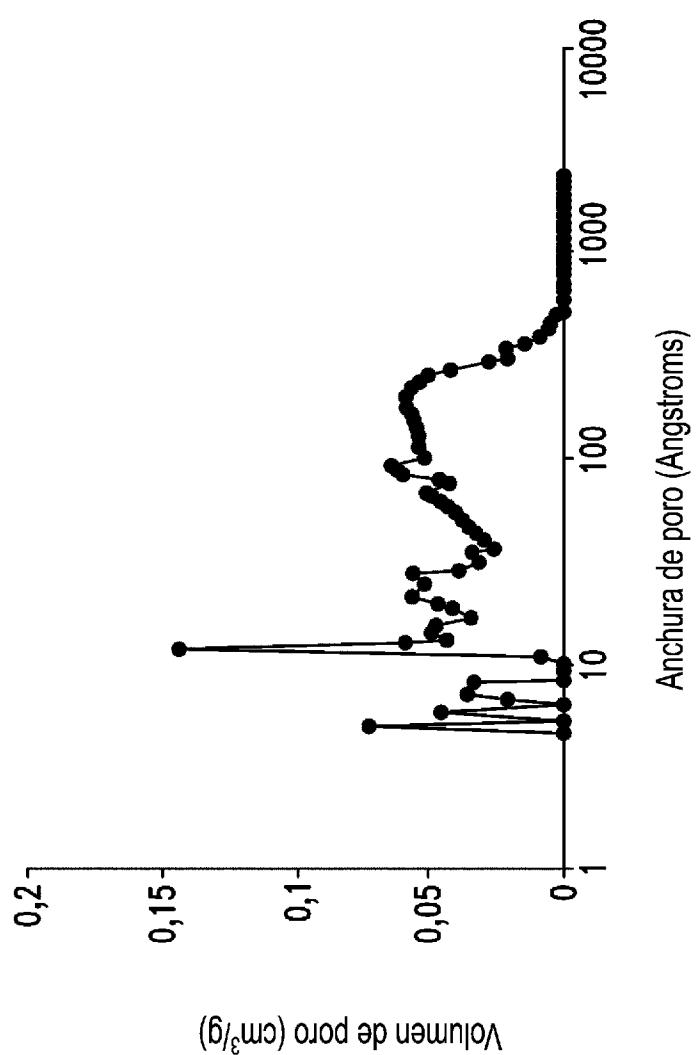


Figura 13