



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0027732

(51)⁷ C09D 201/00; C09D 7/12; C09D 5/24;
C01B 31/02; C09D 5/02

(13) B

(21) 1-2015-01037

(22) 27/09/2013

(86) PCT/US2013/062306 27/09/2013

(87) WO 2014/070346 08/05/2014

(30) PCT/US2012/057811 28/09/2012 US; 61/794,586 15/03/2013 US

(45) 25/03/2021 396

(43) 25/08/2015 329A

(73) PPG INDUSTRIES OHIO, INC. (US)

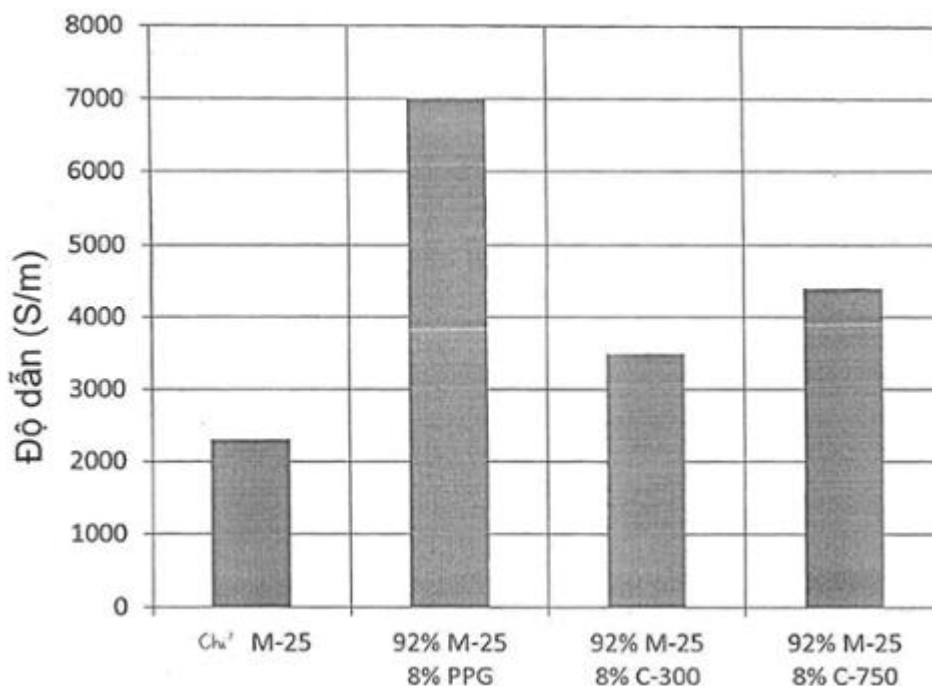
3800 West 143rd Street, Cleveland, Ohio 44111, United States of America

(72) ASAY, David B. (US); VANIER, Noel R. (US); HUNG, Cheng-Hung (US);
DECKER, Eldon L. (US).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) CHẾ PHẨM PHỦ DẪN ĐIỆN, LỚP PHỦ DẪN ĐIỆN VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN
XUẤT CHẾ PHẨM PHỦ DẪN ĐIỆN

(57) Sáng chế đề cập đến các chế phẩm phủ chứa các hạt cacbon graphen. Các hạt cacbon graphen có thể được tạo nhiệt hoặc phân tán trong các lớp phủ màng polyme nhiệt rắn và/hoặc nhiệt rắn. Các lớp phủ được đóng rắn thể hiện các đặc tính mong muốn như tăng độ dẫn điện. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến lớp phủ dẫn điện bao gồm màng nhựa polyme và các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt phân tán trong màng nhựa polyme; và phương pháp sản xuất chế phẩm phủ theo sáng chế.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các lớp phủ dẫn điện chứa các hạt cacbon graphen.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều loại lớp phủ khác nhau được đưa vào môi trường mong muốn có độ dẫn điện. Ví dụ, các đặc tính độ dẫn được cải thiện có thể là lợi thế cho các loại lớp phủ bóng khác nhau, các lớp phủ được tạo màu, các lớp phủ sơn lót, các lớp phủ tán xạ tĩnh và các lớp phủ điện tử in ấn, pin, tụ điện, dò điện, ăngten, nhiệt điện và các loại tương tự.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Khía cạnh của sáng chế đề xuất chế phẩm phủ dẫn điện bao gồm nhựa tạo màng và các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt. Khi chế phẩm phủ được đóng rắn có độ dẫn điện lớn hơn độ dẫn điện của chế phẩm phủ tương tự mà không có các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt.

Khía cạnh khác của sáng chế đề xuất lớp phủ dẫn điện bao gồm màng nhựa polyme và các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt phân tán trong màng nhựa polyme.

Khía cạnh khác của sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất chế phẩm phủ dẫn điện bao gồm hỗn hợp các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt với nhựa tạo màng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là đồ thị minh họa các đặc tính dẫn điện của các lớp phủ khác nhau chứa các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt theo các phương án của sáng chế trong so sánh với các lớp phủ chứa các loại hạt graphen thương mại khác.

Fig. 2 là đồ thị minh họa các đặc tính dẫn điện của các lớp phủ khác nhau chứa một loại trong các hạt cacbon graphen có sẵn thương mại kết hợp với các hạt

cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt khác theo sáng chế hoặc các loại hạt cacbon graphen có sẵn thương mại khác.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo các phương án của sáng chế, các hạt cacbon graphen được bổ sung vào các chế phẩm phủ để tạo ra các đặc tính mong muốn như tăng độ dẫn điện. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “dẫn điện”, khi đề cập tới lớp phủ chứa các hạt cacbon graphen, có nghĩa rằng lớp phủ có độ dẫn điện ít nhất là 0,001 S/m. Ví dụ, lớp phủ có thể có độ dẫn ít nhất là 0,01, hoặc ít nhất 10 S/m. Thông thường độ dẫn có thể nằm trong khoảng từ 100 đến 100,000 S/m, hoặc cao hơn. Theo các phương án nhất định, độ dẫn có thể ít nhất là 1,000 S/m hoặc 10.000 S/m. Ví dụ, độ dẫn có thể ít nhất là 20,000 S/m, hoặc 30,000 S/m, hoặc 40,000 S/m.

Theo các phương án nhất định, các lớp phủ không thể hiện độ dẫn điện đáng kể khi thiếu sự bổ sung các hạt cacbon graphen. Ví dụ, thông thường lớp sơn bóng hoàn thiện lại có độ dẫn không thể đo được, trong khi các lớp phủ theo sáng chế bao gồm các hạt cacbon graphen có thể thể hiện các độ dẫn như đã nêu ở trên. Theo các phương án nhất định, sự bổ sung các hạt cacbon graphen làm tăng độ dẫn của các lớp phủ gần lớn hơn gấp 10, thường lớn hơn gấp 1,000 hoặc 100,000 hoặc cao hơn.

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen có thể được bổ sung vào các nhựa tạo màng theo các lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 95 phần trăm trọng lượng tính trên tổng số các chất rắn lớp phủ. Ví dụ, các hạt cacbon graphen có thể bao gồm từ 1 đến 90 phần trăm trọng lượng, hoặc từ 5 đến 85 phần trăm trọng lượng. Theo các phương án nhất định, lượng các hạt cacbon graphen chứa trong các lớp phủ có thể tương đối lớn, như từ 40 hoặc 50 phần trăm trọng lượng lên đến 90 hoặc 95 phần trăm trọng lượng. Ví dụ, các hạt cacbon graphen có thể bao gồm từ 60 đến 85 phần trăm trọng lượng, hoặc từ 70 đến 80 phần trăm trọng lượng. Theo các phương án nhất định, các đặc tính độ dẫn của các lớp phủ có thể được tăng lên đáng kể theo những bổ sung tương đối nhỏ của các hạt cacbon graphen, ví dụ, nhỏ hơn 50 phần trăm trọng lượng, hoặc nhỏ hơn 30 phần trăm trọng lượng. Theo các phương án nhất định, các lớp phủ có các độ dẫn điện đủ cao ở các lượng tải tương đối thấp của

các hạt cacbon graphen. Ví dụ, các độ dẫn điện được nêu ở trên có thể đạt được ở các lượng tải hạt cacbon graphen nhỏ hơn 20 hoặc 15 phần trăm trọng lượng. Theo các phương án nhất định, các lượng tải hạt có thể nhỏ hơn 10 hoặc 8 phần trăm trọng lượng, hoặc nhỏ hơn 6 hoặc 5 phần trăm trọng lượng. Ví dụ, đối với các lớp phủ bao gồm các polyme tạo màng hoặc các nhựa tạo màng mà bản thân chúng không dẫn điện, việc bổ sung từ 3 đến 5 phần trăm trọng lượng các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt có thể tạo ra độ dẫn điện ít nhất là 0,1 S/m, ví dụ, hoặc ít nhất 10 S/m.

Các chế phẩm phủ có thể bao gồm bất kì một loạt các thành phần nhựa nhiệt dẻo và/hoặc nhiệt rắn đã biết trong lĩnh vực kĩ thuật. Ví dụ, các chế phẩm phủ có thể bao gồm các nhựa tạo màng được lựa chọn từ các nhựa epoxy, polyme acrylic, polyme polyeste, polyme polyuretan, polyme polyamit, polyme polyete, polyme epoxy trên cơ sở bisphenol A, polyme polysiloxan, styren, butylen etylen, copolime của chúng, và các hỗn hợp của chúng. Nhìn chung, các polyme có thể là bất kì polyme nào của các loại được làm bằng bất kì phương pháp đã biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực. Các polyme như vậy có thể là dung môi để pha, hòa tan được trong nước hoặc có thể phân tán trong nước, có thể nhũ hóa, hoặc độ tan trong nước bị hạn chế. Hơn nữa, các polyme có thể được tạo ra dưới dạng các hệ thống sol gel, có thể được tạo ra dưới dạng các hệ thống polyme nhân-vỏ, hoặc có thể được tạo ra dưới dạng bột. Theo các phương án nhất định, polyme phân tán trong các pha liên tục bao gồm nước và/hoặc dung môi hữu cơ, ví dụ các polyme nhũ tương hoặc phân tán không chứa nước.

Các chế phẩm phủ nhiệt rắn hoặc có thể hóa cứng thông thường bao gồm các polyme tạo màng hoặc các nhựa tạo màng có các nhóm chức mà phản ứng với chính bản thân chúng hoặc tác nhân gây liên kết ngang. Các nhóm chức trong nhựa tạo màng có thể được lựa chọn từ bất kì một loạt nhóm chức phản ứng gồm có, ví dụ, các nhóm axit cacboxyl, các nhóm amin, các nhóm epoxit, các nhóm hydroxyl, các nhóm thiol, các nhóm, các nhóm amit, các nhóm ure, các nhóm izoxyanat (gồm các nhóm izoxyanat bị chặn và tris-alkylcarbamoyltriazin) các nhóm mercaptan, các nhóm styrenic, các nhóm anhydrit, axetoaxetat acrylat, uretidion và các sự kết hợp của chúng.

Các chế phẩm phủ nhiệt rắn thông thường bao gồm tác nhân gây liên kết ngang có thể được lựa chọn từ, ví dụ, các chất dẻo amino, các polyizoxyanat, gồm có các izoxyanat bị chặn, các polyepoxit, các beta-hydroxyalkylamit, các polyaxit, các anhydrit, các nguyên liệu chức năng axit –kim loại hữu cơ, các polyamin, các polyamit, và các hỗn hợp bất kì của các loại ở trên. Các polyizoxyanat thích hợp gồm các izoxyanat đa chức năng. Ví dụ về các polyizoxyanat đa chức năng gồm có các diizoxyanat béo như hexametyl diizoxyanat và isophoron diizoxyanat, và các diizoxyanat thơm như toluen diizoxyanat và 4,4'-diphenylmetan diizoxyanat. Các polyizoxyanat có thể bị chặn hoặc không bị chặn. Các ví dụ về các polyizoxyanat thích hợp khác gồm có izoxyanurat trime, các allophanat, và các uretdion của các diizoxyanat. Ví dụ về các polyizoxyanat có sẵn thương mại gồm có DESMODUR N3390, được bán bởi Bayer Corporation, và TOLONATE HDT90, được bán bởi Rhodia Inc. Các chất dẻo amino thích hợp gồm có các sản phẩm ngưng tụ của amin và hoặc các amit với andehyt. Ví dụ, sản phẩm ngưng tụ của melamin với focmandehyt là chất dẻo amino thích hợp. Các chất dẻo amino thích hợp đã được biết đến trong lĩnh vực kỹ thuật. Chất dẻo amino được bộc lộ, ví dụ, trong Paten Mỹ số 6316119 ở cột 5, các dòng 45-55, được kết hợp bằng cách tham chiếu ở đây. Theo các phương án nhất định, nhựa có thể tự tạo liên kết ngang. Tự tạo liên kết ngang có nghĩa là nhựa có chứa nhóm chức có khả năng phản ứng với chính bản thân chúng, như các nhóm alkoxysilan, hoặc các sản phẩm phản ứng có chứa nhóm chức là phản ứng nhân, ví dụ các nhóm hydroxyl và các nhóm izoxyanat bị chặn.

Bề dày màng khô của các lớp phủ được đóng rắn thông thường có thể nằm trong khoảng nhỏ hơn 0,5micron đến 100micron hoặc lớn hơn, ví dụ, từ 1 đến 50 micron. Theo một ví dụ cụ thể, bề dày lớp phủ được đóng rắn có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 15 micron.

Theo các phương án nhất định, khi các chế phẩm phủ được đóng rắn, kết quả các lớp phủ bao gồm nền nhựa được hóa cứng liên tục có các hạt cacbon graphen phân tán trong đó. Các hạt cacbon graphen có thể phân tán không đồng đều trên khắp bề dày của lớp phủ. Ngoài ra, các hạt cacbon graphen có thể được phân phối không đồng

đều, ví dụ, có sự phân phối hạt chệnh lệch trên bề dày của lớp phủ và/hoặc qua lớp phủ.

Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “các hạt cacbon graphen” nghĩa là các hạt cacbon có cấu trúc bao gồm một hoặc nhiều lớp các tấm phẳng dày bằng một nguyên tử của các nguyên tử cacbon có liên kết sp^2 xếp dày đặc thành mạng tinh thể tổ ong. Số lượng trung bình của các lớp được xếp chồng có thể nhỏ hơn 100, ví dụ, nhỏ hơn 50. Theo các phương án nhất định, số lượng trung bình của các lớp được xếp chồng là 30 hoặc nhỏ hơn, như 20 hoặc nhỏ hơn, 10 hoặc nhỏ hơn, hoặc, trong một vài trường hợp, 5 hoặc ít hơn. Các hạt cacbon graphen về căn bản có thể là phẳng, tuy nhiên, ít nhất một phần của các tấm phẳng về căn bản có thể bị cong, bị uốn, gấp mép hoặc bị vênh. Các hạt thông thường không có hình thái đẳng trục hoặc phỏng cầu.

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen trong các chế phẩm phủ của sáng chế có bề dày, được đo theo phương vuông góc với các lớp nguyên tử cacbon, không quá 10 nanomet, không quá 5 nanomet, hoặc, theo các phương án nhất định, không quá 4 hoặc 3 hoặc 2 hoặc 1 nanomet, cũng như không quá 3,6 nanomet. Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen có thể dày từ 1 lớp nguyên tử lên đến 3, 6, 9, 12, 20 hoặc 30 lớp nguyên tử, hoặc nhiều hơn. Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen trong các thành phần theo sáng chế có các kích cỡ hạt trung bình, tức là, các chiều rộng và các chiều dài, được đo theo phương song song với các lớp nguyên tử cacbon, ít nhất là 10 hoặc 30 nanomet, cũng như quá 50 nanomet, trong một vài trường hợp quá 100 nanomet lên tới 1,000 nanomet. Ví dụ, kích cỡ các hạt trung bình của các hạt cacbon graphen có thể là từ 200 đến 800 nm, hoặc từ 250 đến 750 nm. Các hạt cacbon graphen có thể được tạo ra dưới dạng các phiến siêu mỏng, các tấm mỏng hoặc các tấm có các tỷ lệ khung trung bình tương đối cao (tỷ lệ khung được xác định là tỷ lệ chiều dài nhất của một hạt với chiều ngắn nhất của hạt) là lớn hơn 3:1, cũng như lớn hơn 10:1 lên tới 2000:1. Ví dụ, các tỷ lệ khung có thể lớn hơn 15:1, hoặc lớn hơn 25:1, hoặc lớn hơn 100:1, hoặc lớn hơn 500:1.

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen được sử dụng trong các chế phẩm phủ theo sáng chế có hàm lượng oxy tương đối thấp. Ví dụ, các hạt

cacbon graphen được sử dụng theo các phương án nhất định của các thành phần theo sáng chế có thể, ngay cả khi có bề dày không quá 5 hoặc không quá 2 nanomet, có hàm lượng oxy là không quá 2 phần trăm trọng lượng nguyên tử, cũng như không quá 1,5 hoặc 1 phần trăm trọng lượng nguyên tử, hoặc không quá 0,6 trong lượng nguyên tử, cũng như khoảng 0,5 phần trăm trọng lượng trọng lượng. Hàm lượng oxy của các hạt cacbon graphen có thể được xác định bằng cách sử dụng Phổ kế quang điện tử tia X (X-ray Photoelectron Spectroscopy), cũng như được mô tả theo D. R. Dreyer et al., Chem. Soc. Rev. 39, 228-240 (2010).

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen được sử dụng trong các chế phẩm phủ có diện tích bề mặt riêng B.E.T. ít nhất là 50 mét vuông trên gram, như ít nhất là 70 mét vuông trên gram, hoặc, trong một vài trường hợp, ít nhất là 100 mét vuông trên gram. Ví dụ, diện tích bề mặt có thể từ 100 hoặc 150 đến 500 hoặc 1,000 mét vuông trên gram, hoặc từ 150 đến 300 hoặc 400 mét vuông trên gram. Theo các phương án nhất định, diện tích bề mặt là nhỏ hơn 300 mét vuông trên gram, ví dụ, nhỏ hơn 250 mét vuông trên gram. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “diện tích bề mặt riêng B.E.T.” dùng để chỉ diện tích bề mặt riêng được xác định bằng khả năng hấp phụ nitơ theo tiêu chuẩn ASTM D 3663-78 bằng phương pháp Brunauer-Emmett-Teller được mô tả trong tạp chí “The Journal of the American Chemical Society”, 60, 309 (1938).

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen được sử dụng trong các chế phẩm phủ theo sáng chế có tỷ lệ đỉnh Raman spectroscopy 2D/G ít nhất là 1,1, ví dụ, ít nhất 1,2 hoặc 1,3. Như được sử dụng ở đây, thuật ngữ “tỷ lệ đỉnh 2D/G” dùng để chỉ tỷ lệ cường độ của đỉnh 2D ở 2692 cm^{-1} với cường độ của đỉnh G ở 1.580 cm^{-1} .

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen được sử dụng trong các chế phẩm phủ theo sáng chế có tỷ trọng khối tương đối thấp. Ví dụ, các hạt cacbon graphen được sử dụng theo các phương án nhất định theo sáng chế được đặc trưng bởi có tỷ trọng khối (tỷ trọng thể tích) là nhỏ hơn $0,2\text{ g/cm}^3$, như không quá $0,1\text{ g/cm}^3$. Đối với mục đích theo sáng chế, tỷ trọng khối của các hạt cacbon graphen được xác định bằng cách đặt 0,4 gram các hạt cacbon graphen trong một ống đo thủy tinh có thang đo có thể đọc được. Ống được nâng lên khoảng inch và được gõ nhẹ 100 lần,

bằng cách gõ chân đế của ống trên bề mặt cứng, cho phép các hạt cacbon graphen lắng xuống trong ống. Thể tích của các hạt sau đó được đo, và tỷ trọng khối được tính bằng cách chia 0,4 gram cho thể tích đo được, trong đó tỷ trọng khối được biểu thị trong các thuật ngữ là g/cm^3 .

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen được sử dụng trong các chế phẩm phủ theo sáng chế có tỷ trọng nén và phần trăm ép đặc ít hơn tỷ trọng nén và phần trăm ép đặc của bột graphit và các loại hạt cacbon graphen phẳng về cơ bản nhất định. Tỷ trọng nén thấp hơn và phần trăm ép đặc thấp hơn hiện đang được cho là để góp phần phân tán và/hoặc các đặc tính lưu biến tốt hơn các hạt cacbon graphen thể hiện tỷ trọng nén cao hơn và phần trăm ép đặc cao hơn. Theo các phương án nhất định, tỷ trọng nén của các hạt cacbon graphen là 0,9 hoặc nhỏ hơn, như ít hơn 0,8, ít hơn 0,7, như từ 0,6 đến 0,7. Theo các phương án nhất định, phần trăm ép đặc của các hạt cacbon graphen là ít hơn 40 phần trăm, như ít hơn 30 phần trăm, như từ 25 đến 30 phần trăm.

Đối với các mục đích của sáng chế, tỷ trọng nén của các hạt cacbon graphen được tính từ bề dày đo được của khối lượng các hạt cho trước sau khi nén. Cụ thể là, bề dày đo được được xác định bằng cách chia 0,1 gram các hạt cacbon graphen để ép lạnh dưới 15.000 pound lực trên khuôn 1,3 centimet khoảng 45 phút, trong đó áp suất tiếp xúc là 500 MPa. Tỷ trọng nén của các hạt cacbon graphen sau đó được tính từ bề dày đo được này theo phương trình sau đây:

$$\text{Tỷ trọng nén (g/cm}^3\text{)} = \frac{0,1 \text{ gram}}{\pi*(1,3\text{cm}/2)^2*(\text{bề dày đo được tính theo cm})}$$

Phần trăm ép đặc của các hạt cacbon graphen sau đó được xác định như tỷ lệ của tỷ trọng nén tính được của các hạt cacbon graphen, như được xác định ở trên, đến $2,2 \text{ g/cm}^3$, là tỷ trọng của graphit.

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen có độ dẫn lỏng khối ít nhất là 10 microSiemens, như ít nhất 30 microSiemens, như ít nhất 100 microSiemens ngay sau khi trộn và tại sau các thời điểm trong thời gian, như ở 10 phút, hoặc 20 phút, hoặc 30 phút, hoặc 40 phút. Đối với mục đích của sáng chế, độ dẫn lỏng khối

của các hạt cacbon graphen được xác định như sau. Trước tiên, mẫu bao gồm 0,5% dung dịch các hạt cacbon graphen trong butyl cellosolve được nghiền bằng sóng âm khoảng 30 phút ở bể siêu âm. Ngay sau khi nghiền bằng sóng âm, mẫu được đặt vào bình đo độ dẫn điện điện phân tiêu chuẩn ($K=1$). Máy đo độ dẫn điện Fisher Scientific AB 30 được đưa vào mẫu để đo độ dẫn của mẫu. Độ dẫn được vẽ đồ thị trong suốt khoảng 40 phút.

Theo các phương án nhất định, sự thâm thấu, được định nghĩa là liên kết tầm xa, xảy ra giữa các hạt cacbon graphen dẫn điện. Sự thâm thấu có thể làm giảm điện trở suất của các chế phẩm phủ. Các hạt graphen dẫn điện có thể chiếm thể tích tối thiểu trong lớp phủ sao cho các hạt tạo thành mạng liên tục, hoặc gần như liên tục. Trong trường hợp như vậy, các tỷ lệ khung của các hạt cacbon graphen có thể ảnh hưởng đến thể tích tối thiểu được yêu cầu cho sự thâm thấu. Hơn nữa, năng lượng bề mặt của các hạt cacbon graphen có thể cùng hoặc tương tự như năng lượng bề mặt của cao su đàn hồi. Nếu không, các hạt có thể có khuynh hướng đóng cục hoặc chai lớp khi chúng được xử lý.

Các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt dùng trong các chế phẩm phủ theo sáng chế được chế tạo bằng xử lý nhiệt. Theo các phương án sáng chế, các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt được chế tạo từ các nguyên liệu tiền chất có chứa cacbon mà được gia nhiệt đến các nhiệt độ cao trong vùng nhiệt như plasma. Như được mô tả đầy đủ hơn dưới đây, các nguyên liệu tiền chất chứa cacbon được gia nhiệt đến nhiệt độ đủ cao, ví dụ như, trên 3500°C , để tạo ra các hạt cacbon graphen có các đặc trưng như được mô tả ở trên. Tiền chất có chứa cacbon, như hydrocacbon được tạo ra ở dạng khí hoặc dạng lỏng, được gia nhiệt trong vùng nhiệt để tạo ra các hạt cacbon graphen trong vùng nhiệt hoặc dòng ra từ đó. Ví dụ, các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt có thể được chế tạo bằng các hệ thống và các phương pháp được mô tả trong Patent Mỹ số 8486363 và số 8486364.

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt có thể được chế tạo bằng cách sử dụng thiết bị và phương pháp được mô tả trong Patent Mỹ số 8486363 tại [0022] đến [0048] trong đó (i) một hoặc nhiều nguyên liệu tiền chất có khả năng tạo thành hai kiểu đoạn cacbon (như n-propanol, etan, etylen,

acetylen, vinyl clorua, 1,2-dicloetan, anlyl ancol, propionaldehyt, và/hoặc vinyl bromua) được đưa vào trong vùng nhiệt (như plasma), và (ii) hydrocacbon được gia nhiệt trong vùng nhiệt đến nhiệt độ ít nhất là 1000°C để tạo thành các hạt cacbon graphen. Theo các phương án khác, các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt có thể được chế tạo bằng cách sử dụng thiết bị và phương pháp được mô tả trong Patent Mỹ số 8486364 tại [0015] đến [0042] trong đó (i) nguyên liệu tiền chất metan (như nguyên liệu chứa ít nhất 50 phần trăm metan, hoặc, trong một vài trường hợp, metan dạng khí hoặc dạng lỏng ở độ tinh khiết ít nhất là 95 hoặc 99 phần trăm hoặc cao hơn) được đưa vào trong vùng nhiệt (như plasma), và (ii) tiền chất metan được gia nhiệt trong vùng nhiệt để tạo thành các hạt cacbon graphen. Các phương pháp như vậy có thể tạo các hạt cacbon graphen có ít nhất một vài, trong một vài trường hợp tất cả, có các đặc trưng được mô tả ở trên.

Trong thời gian tạo ra các hạt cacbon graphen bằng các phương pháp tạo nhiệt được mô tả ở trên, tiền chất có chứa cacbon được đề xuất làm nguyên liệu dẫn tiến có thể được tiếp xúc với khí mang trợ. Nguyên liệu tiền chất có chứa cacbon có thể được gia nhiệt trong vùng nhiệt, ví dụ, bằng hệ thống plasma. Theo các phương án nhất định, vật liệu tiền chất được gia nhiệt đến nhiệt độ ít nhất là 3500°C, ví dụ, từ nhiệt độ lớn hơn 3500°C hoặc 4000°C lên đến 10000°C hoặc 20000°C. Mặc dù vùng nhiệt có thể được sản ra bởi hệ thống plasma, cần hiểu rằng bất kỳ hệ thống nhiệt khác thích hợp có thể được sử dụng để tạo vùng nhiệt, như các loại lò nung khác nhau bao gồm lò ống được gia nhiệt bằng điện và các loại tương tự.

Dòng khí có thể được tiếp xúc với một hoặc nhiều dòng dập tắt được phun vào buồng plasma qua ít nhất một cửa phun dòng dập tắt. Dòng dập tắt có thể làm mát dòng khí để tạo điều kiện thuận lợi cho việc tạo thành hoặc kiểm soát kích cỡ hạt hoặc hình thái của các hạt cacbon graphen. Theo các phương án nhất định của sáng chế, sau khi tiếp xúc dòng sản phẩm khí với các dòng dập tắt, các hạt siêu mịn có thể có thể được chuyển qua thiết bị hội tụ. Sau khi các hạt cacbon graphen đi ra khỏi hệ thống plasma, chúng có thể được thu lại. Bất kỳ phương tiện thích hợp có thể được sử dụng để tách các hạt cacbon graphen từ dòng khí, như, ví dụ, bóc lọc kiểu túi, máy tách kiểu xoáy hoặc lắng đọng trên lớp nền.

Nếu không bị ràng buộc bởi bất kì lý thuyết nào, hiện được cho rằng các phương pháp nói trên trong sản xuất các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt là đặc biệt thích hợp cho việc tạo ra các hạt cacbon graphen có bề dày tương đối thấp và tỷ lệ khung tương đối cao kết hợp với hàm lượng oxy tương đối thấp, như được mô tả ở trên. Hơn nữa, các phương pháp như vậy được cho là để tạo ra lượng hạt cacbon graphen về cơ bản có hình thái bị cong, bị uốn, gấp mép hoặc bị vênh đáng kể (được đề cập ở đây là hình thái “3D”), như trái ngược với các hạt phần lớn tạo ra về căn bản có hình thái hai chiều (hoặc phẳng). Đặc trưng này được cho là phản ánh các đặc trưng tỷ trọng nén được mô tả trước đó và được cho là có lợi theo sáng chế bởi vì, nó hiện được cho là, khi phân các hạt các hạt cacbon graphen có hình thái 3D đáng kể, tiếp xúc “sát cạnh” và “mặt cạnh” giữa các hạt cacbon graphen trong thành phần có thể được thúc đẩy. Điều này được xem xét là do các hạt có hình thái 3D ít có khả năng được tập hợp trong thành phần (do các lực Van der Waal thấp hơn) hơn các hạt có hình thái hai chiều. Hơn nữa, hiện được cho rằng ngay cả trong trường hợp của tiếp xúc “đối diện” giữa các hạt có hình thái 3D, vì các hạt có thể có nhiều hơn một mặt phẳng mặt, toàn bộ bề mặt hạt không được liên hợp vào tương tác “đối diện” đơn với các hạt đơn khác, nhưng thay vào đó có thể tham gia vào các tương tác với các hạt khác, bao gồm các tương tác “đối diện” khác, trong các mặt phẳng khác. Kết quả là, các hạt cacbon graphen có hình thái 3D hiện được xem xét để tạo ra đường dẫn tốt nhất trong các thành phần hiện tại và hiện được xem xét là hữu ích để đạt được các đặc trưng độ dẫn điện được tìm kiếm bằng các phương án theo sáng chế, đặc biệt khi các hạt cacbon graphen có mặt trong thành phần theo các lượng tương đối thấp.

Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt có thể kết hợp với các loại hạt graphenic khác, như các hạt thu được từ các nguồn thương mại, ví dụ, từ Angstrom, XG Sciences và các nguồn thương mại khác. Theo các phương án như vậy, các hạt cacbon graphen có sẵn thương mại có thể bao gồm graphite tróc nở và có các đặc trưng khác trong so sánh với các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt, như các phân phối kích cỡ khác nhau, các bề dày, các tỷ lệ khung, hình thái cấu trúc, hàm lượng oxy, và chức năng hóa học tại các mặt phẳng/các rìa cơ bản.

Khi các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt được kết hợp với các hạt cacbon graphen có sẵn thương mại theo các phương án của sáng chế, sự phân phối hai kiểu, sự phân phối ba kiểu, v.v... của các đặc trưng hạt cacbon graphen có thể đạt được. Ví dụ, các hạt cacbon graphen chứa trong các lớp phủ có thể có các sự phân phối kích cỡ hạt đa kiểu, các phân phối tỷ lệ khung, các hình thái cấu trúc, các sự khác nhau về chức năng cạnh, hàm lượng oxy, và các loại tương tự. Bảng 1 sau đây liệt kê các kích cỡ các hạt trung bình, bề dày và các tỷ lệ khung của các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt trong so sánh với hạt cacbon graphen có sẵn thương mại nhất định được tạo ra từ graphit tróc nở.

Theo các phương án của sáng chế trong đó cả các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt và các hạt cacbon graphen có sẵn thương mại, ví dụ, từ graphit tróc nở, được bổ sung chế phẩm phủ để tạo ra phân phối kích cỡ hạt graphenic hai kiểu, lượng tương đối các loại của các hạt cacbon graphen khác nhau được kiểm soát để tạo ra các đặc tính độ dẫn mong muốn cho các lớp phủ. Ví dụ, các hạt graphenic được tạo nhiệt có thể bao gồm từ 1 đến 50 phần trăm trọng lượng, và các hạt cacbon graphen có sẵn thương mại có thể bao gồm từ 50 đến 99 phần trăm trọng lượng, dựa trên tổng trọng lượng của các hạt cacbon graphen. Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt có thể bao gồm từ 2 đến 20 phần trăm trọng lượng, hoặc từ 5 đến 10 hoặc 12 phần trăm trọng lượng.

Ngoài các hợp phần hạt cacbon graphen và nhựa, các lớp phủ theo sáng chế có thể bao gồm việc bổ sung các hợp phần thông thường được bổ sung vào các chế phẩm phủ, như các liên kết ngang, các bột màu, các màu sắc, hỗ trợ dòng, các chất khử bọt, các chất phân tán, các dung môi, chất hấp thụ UV, các chất xúc tác và các tác nhân hoạt động bề mặt.

Theo các phương án nhất định, các chế phẩm phủ về căn bản là các thành phần tự do nhất định như polyalkylenimin, graphit, hoặc các thành phần khác. Ví dụ, thuật ngữ “các polyalkylenimin về căn bản tự do” có nghĩa rằng các polyalkylenimin không được bổ sung có mục đích, hoặc có mặt như là các tạp chất hoặc theo các lượng vết, ví dụ, ít hơn 1 phần trăm trọng lượng hoặc ít hơn 0,1 phần trăm trọng lượng. Các lớp phủ theo sáng chế được phát hiện có đặc tính bám dính tốt mà không cần thiết bổ

sung các polyalkylenimin. Thuật ngữ “graphit về căn bản tự do” có nghĩa rằng graphit không được bổ sung có mục đích, hoặc có mặt như là tạp chất hoặc theo các lượng vết, ví dụ, ít hơn 1 phần trăm trọng lượng hoặc ít hơn 0,1 phần trăm trọng lượng. Theo các phương án nhất định, graphit theo các lượng nhỏ có thể có mặt trong các lớp phủ, ví dụ, ít hơn 5 phần trăm trọng lượng hoặc ít hơn 1 phần trăm trọng lượng của các lớp phủ. Nếu có mặt graphit, nó thường theo một lượng ít hơn graphen, ví dụ, ít hơn 30 phần trăm trọng lượng dựa trên trọng lượng được kết hợp graphit và graphen, ví dụ, ít hơn 20 hoặc 10 phần trăm trọng lượng.

Các chế phẩm phủ theo sáng chế có thể được chế tạo bằng các phương pháp tiêu chuẩn khác nhau trong đó các hạt cacbon graphen được trộn với các nhựa tạo màng và các hợp phần khác của các chế phẩm phủ. Ví dụ, đối với các hệ thống lớp phủ hai phần, các hạt cacbon graphen có thể phân tán thành phần A và/hoặc phần B. Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen phân tán thành phần A bằng các kỹ thuật trộn khác nhau như nghiền bằng sóng siêu âm, trộn tốc độ cao, phương tiện nghiền và các kỹ thuật tương tự. Theo các phương án nhất định, các hạt cacbon graphen có thể được trộn vào các chế phẩm phủ sử dụng kỹ thuật năng lượng cao và/hoặc cắt tốc độ cao như nghiền bằng sóng siêu âm, phay lăn 3, nghiền thành hạt, máy nghiền, máy trộn roto/stato, và các loại tương tự.

Theo các phương án nhất định, các lớp phủ theo sáng chế có các đặc tính cơ học mong muốn, tăng độ hấp thụ IR, tăng “màu đen”, tăng độ dẫn nhiệt, khả năng thấm thấu bị giảm xuống với các phân tử nhỏ như nước hoặc oxy cũng có thể là lợi thế cho các lớp phủ tương tự.

Các ví dụ sau đây nhằm để minh họa các khía cạnh khác nhau của sáng chế, và không nhằm để giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Các độ dẫn điện của các lớp phủ chứa các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt được so sánh với các lớp phủ chứa các hạt graphen thương mại tương tự, và các hạt không như vậy. Các chế phẩm phủ được chế tạo bằng các hạt latex chứa nước mà

ổn định trong dung môi N-metyl pyrrolidon (NMP). Các hạt latex acrylic có liên kết ngang và chức hóa epoxy, nhưng không cần chức hóa để hoạt động. Latex tạo màng ở nhiệt độ cao và dùng làm chất kết dính để gắn màng với nhau. Các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt, được dán nhãn PPG A và PPG B, được tạo ra bằng phương pháp tạo plasma bằng nhiệt dùng metan làm nguyên liệu tiền chất được bộc lộ trong Patent Mỹ số 8486364. Nhiệt tạo ra các hạt cacbon graphen PPG A và PPG B có diện tích bề mặt khoảng $250 - 280 \text{ m}^2/\text{g}$ và khoảng 100-200 nm theo kích cỡ. Các hạt cacbon graphen có sẵn thương mại bao gồm: XG-M5 (từ XG Sciences có kích cỡ các hạt trung bình là 5 micron, bề dày khoảng 6 nm, và diện tích bề mặt BET là từ 120 đến 150 mét vuông trên gram); XG-C750 (từ XG Sciences có kích cỡ các hạt trung bình là khoảng 1,5 micron, bề dày là khoảng 2 nm, và diện tích bề mặt BET là 750 mét vuông trên gram); và PDR (từ Angstrom Materials có kích cỡ các hạt trung bình là khoảng 10 micron, bề dày khoảng 1 nm và diện tích bề mặt BET là khoảng 400 đến 800 mét vuông trên gram). Trước khi bổ sung các hạt cacbon graphen vào dung dịch lớp phủ, các mẫu được pha loãng vào 0,25 – 2,5 phần trăm trọng lượng trong dung môi NMP và được nghiền bằng sóng âm khoảng 15 phút. Mẫu PPG B phân tán với năng lượng nghiền bằng sóng âm gấp đôi trên mỗi đơn vị graphen trong so sánh với các mẫu PPG A. Chế phẩm phủ hoàn thiện sau đó được chế tạo bằng cách trộn latex, dung môi NMP, và các hạt cacbon graphen phân tán trước. Các mẫu sau đó được nghiền bằng sóng âm trong bể khoảng 15 phút. Tiếp theo nghiền bằng sóng âm, các mẫu được chuyển qua bộ lọc lưới 150 và sau đó trút xuống các lớp nền thủy tinh với 6 triệu màng mỏng được thiết kế. Các màng ảm được chiếu sáng ở nhiệt độ phòng khoảng 15 phút, tiếp theo bằng lò sấy ở 100°C khoảng 30 phút.

Đồ thị Fig. 1 minh họa các độ dẫn của các lớp phủ chứa các hạt cacbon graphen PPG A and PPG B được tạo nhiệt ở các lượng tải khác nhau, trong so sánh với hạt cacbon graphen thương mại khác và lớp phủ kiểm soát không chứa các hạt như vậy, mà không được đo độ dẫn. Mặc dù các hạt PPG A và PPG B có sắp xếp độ lớn nhỏ hơn các hạt M5, chúng tạo ra các độ dẫn tương tự. Khi các hạt trở nên nhỏ hơn, điện trở sẽ tăng trong các màng ở lượng tải tương tự, tức là, so sánh M5 với PDR, trong đó kích cỡ các hạt trung bình là $\sim 10\text{micron}$ với 5micron và C750 trong đó là 1,5 micron. Tuy nhiên, các hạt graphen tạo nhiệt tạo ra lớp phủ có điện trở thấp hơn. Điều

này có thể là do hàm lượng oxy cực kì thấp của các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt và thực tế rằng các chức năng cạnh của chúng có thể được giới hạn ở liên kết C-H với C-O, C-N, các liên kết được quan sát trong các mẫu grapheme thương mại, tạo ra điện trở tiếp xúc hạt-hạt thấp hơn cho grapheme được tạo nhiệt. Graphen được tạo ra nhờ nhiệt vốn cũng có thể dẫn nhiều hơn bởi vì cấu trúc tinh thể turbostratic của nó.

Ví dụ 2

Các lớp phủ bao gồm một loại trong các hạt cacbon graphen có sẵn thương mại độc lập, và theo sự kết hợp với các hạt cacbon graphen khác (bao gồm các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt), được tạo ra và được đo độ dẫn điện. Các chế phẩm phủ được chế tạo bằng 10 phần trăm trọng lượng các hạt cacbon graphen: hoặc xGnP C-300 (từ XG Sciences có kích cỡ các hạt trung bình là 1,5 micron, bề dày khoảng 2 nm, và diện tích bề mặt BET là 300 mét vuông trên gram), xGnP C-750 (từ XG Sciences được mô tả trong Ví dụ 1), xGnP M-25 (từ XG Sciences có kích cỡ các hạt trung bình là 25 micron, bề dày từ 6-8 nm, và diện tích bề mặt BET từ 120-150 mét vuông trên gram), hoặc các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt PPG, có 1,67 phần trăm trọng lượng etyl xenluloza (Aqualon, Ashland), và có 88,33 phần trăm trọng lượng nước khử ion hóa. Nhiều chế phẩm phủ phân tán bằng cách bổ sung 70g vào mỗi bình thủy tinh 8 ounce có 220g trong phương tiện nghiền SEPR Ermil 1,0-1,25mm. Các mẫu trong bình được làm rung khoảng 4 giờ bằng cách sử dụng bộ phân tán Lau (Model DAS 200, Lau, GmbH). Phương tiện nghiền sau đó được lọc ra khỏi các chế phẩm phủ. Các hỗn hợp của các chế phẩm phủ sau đó được điều chế, sao cho tổng số 10 phần trăm trên trọng lượng của cacbon graphen trong mỗi hỗn hợp, có hai loại hạt cacbon graphen theo phần trăm trọng lượng như sau: các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt xGnP M-25 92% và PPG 8%, xGnP M-25 92% và xGnP C-300 8%, và xGnP M-25 92% và xGnP C-750 8%. Mỗi một hỗn hợp cũng như chế phẩm phủ chỉ có xGnP M-25 được áp dụng là các đường rộng 1-2 mm trong trong kiểu mạch uốn khúc đến mặt nghiêng kính 2 x 3 inch (Fisherbrand, Plain, Precleaned) bằng cách sử dụng vòi phun định lượng (van PICO, MV-100, Nordson, EFD) và Robot để bàn (2504N, Janome) và sau đó được làm khô bằng lò ở 212 °F khoảng 30 phút. Độ

dẫn điện của mỗi mẫu được phủ được xác định bằng phép đo điện trở của mạch uốn khúc thứ nhất so với chiều dài của dòng mạch. Sau đó, diện tích mặt cắt ngang của các đường uốn khúc của các dòng uốn khúc được đo bằng cách sử dụng máy đo biên dạng cảm ứng (Dektak). Bằng cách sử dụng các giá trị đo được cho diện tích mặt cắt ngang (A) và điện trở (R) cho chiều dài nhất định (L) của mạch, điện trở suất (ρ) được tính bằng cách sử dụng phương trình $\rho = RA/L$. Sau đó độ dẫn (σ) được tính bằng cách lấy nghịch đảo của điện trở suất, $\sigma = 1/\rho$.

Các kết quả được thể hiện trong Fig.2. Việc bổ sung lượng nhỏ các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt PPG làm tăng đáng kể độ dẫn, bằng khoảng 200%, cao hơn cả chế phẩm phủ chỉ chứa cacbon graphen loại tiêu cầu lớn (xGnP M-25). Fig. 2 thể hiện các sự bổ sung nhỏ của các hạt cacbon graphen có sẵn thương mại khác không làm tăng độ dẫn là đáng kể (chỉ tăng khoảng 50% cho xGnP C-300 và chỉ tăng khoảng 90% cho xGnP C-750).

Đối với mục đích của bản mô tả này, phải được hiểu rằng sáng chế có thể giả định các biến thể thay thế khác nhau và các bước trình tự, trừ trường hợp trái ngược rõ ràng. Hơn nữa, khác hơn so với bất kỳ ví dụ vận dụng khác, hoặc nơi có quy định khác, tất cả các số được thể hiện, ví dụ, số lượng các thành phần được sử dụng trong đặc điểm cụ thể và yêu cầu bảo hộ phải được hiểu là đã được sửa đổi trong tất cả các trường hợp bằng thuật ngữ “khoảng”. Theo đó, trừ khi chỉ rõ sự trái ngược, các thông số bằng số được quy định trong các đặc điểm kỹ thuật sau đây và kèm theo yêu cầu bảo hộ là gần đúng mà có thể thay đổi phụ thuộc vào các đặc tính mong muốn đạt được bằng sáng chế. Ít nhất, và không nỗ lực hạn chế ứng dụng về học thuyết tương đương với phạm vi của các yêu cầu bảo hộ, mỗi thông số bằng số nên ít nhất được hiểu theo quan điểm của một số hàng số đáng kể đã được báo cáo và bằng cách áp dụng các kỹ thuật làm tròn thông thường.

Không phụ thuộc mà các phạm vi bằng số và các thông số thiết lập ra khỏi phạm vi rộng lớn của sáng chế là gần đúng, các giá trị bằng số thiết lập ra khỏi trong các ví dụ cụ thể được báo cáo càng chính xác càng tốt. Bất kỳ giá trị bằng số nào, tuy nhiên, vốn chứa số lỗi nhất định tất yếu do việc thay đổi tiêu chuẩn trong các phép đo thử nghiệm tương ứng của chúng.

Ngoài ra, nên được hiểu rằng bất kì phạm vi bằng số nào đọc được ở đây nhằm bao gồm tất cả các phạm vi phụ được gộp vào trong đó. Ví dụ, phạm vi từ “1 đến 10” nhằm bao gồm tất cả các phạm vi phụ giữa (và bao gồm) giá trị tối thiểu đọc được là 1 và giá trị tối đa đọc được là 10, đó là, có giá trị tối thiểu bằng hoặc lớn hơn 1 và giá trị tối đa là bằng hoặc nhỏ hơn 10.

Trong ứng dụng này, việc sử dụng dạng số ít gồm số nhiều và số nhiều bao quanh số ít, trừ khi được quy định cụ thể khác. Ngoài ra, trong ứng dụng này, sử dụng “hoặc” nghĩa là “và/hoặc” trừ khi được quy định cụ thể khác, mặc dù “và/hoặc” có thể được sử dụng rõ ràng trong các trường hợp nhất định.

Phương án sẽ được thực hiện dễ dàng bởi những người có hiểu biết trong lĩnh vực kĩ thuật mà các sửa đổi có thể được thực hiện theo sáng chế sao cho không tách rời các mô tả nêu trên. Ngoài ra, các phương án cụ thể được mô tả trong tài liệu này chỉ mang tính minh họa và không giới hạn phạm vi của sáng chế, được mở rộng đầy đủ bằng các yêu cầu bảo hộ phụ thuộc và bất kì các điểm yêu cầu bảo hộ tương đương.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm phủ dẫn điện bao gồm:

nhựa tạo màng; và

các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt kết hợp với các hạt graphen khác loại, trong đó khi chế phẩm phủ được đóng rắn có độ dẫn điện lớn hơn độ dẫn điện của chế phẩm phủ mà không có các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt,

trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt được tạo ra bằng cách:

đưa nguyên liệu tiền chất chứa vật liệu tiền chất metan hoặc vật liệu tiền chất hydrocacbon có khả năng tạo thành kiểu hai đoạn cacbon vào trong vùng nhiệt có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 3500°C đến 20000°C;

gia nhiệt nguyên liệu tiền chất trong vùng nhiệt để tạo các hạt cacbon graphen từ nguyên liệu tiền chất; và

thu các hạt cacbon graphen có tỷ lệ khung trung bình lớn hơn 3:1.

2. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt chiếm khoảng từ 1 đến 95 phần trăm trọng lượng của chế phẩm phủ tính trên tổng lượng chất rắn của chế phẩm phủ.

3. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt nhiều hơn 40 phần trăm trọng lượng của chế phẩm phủ tính trên tổng lượng chất rắn của chế phẩm phủ.

4. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt ít hơn 20 phần trăm trọng lượng của chế phẩm phủ tính trên tổng lượng chất rắn của chế phẩm phủ.

5. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt có hàm lượng oxy ít hơn 1,5 phần trăm nguyên tử.

6. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt có diện tích bề mặt BET là nhỏ hơn 300 mét vuông trên gram.

7. Chế phẩm phủ theo điểm 1, trong đó hạt graphen khác loại bao gồm các hạt cacbon graphen graphite được tróc nở.

8. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 7, trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt chiếm từ 1 đến 20 phần trăm trọng lượng, và các hạt cacbon graphen graphit tróc nở có từ 80 đến 99 phần trăm trọng lượng, tính trên tổng trọng lượng của các hạt cacbon graphen.

9. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó nhựa tạo màng bao gồm các nhựa epoxy, polyme acrylic, polyme polyeste, polyme polyuretan, polyme polyamit, polyme polyete, polyme epoxy trên cơ sở bisphenol A, polyme polysiloxan, polyme nhân-vỏ, các hạt polyme phân tán không chứa nước, styren, etylen, butylen, copolyme của chúng, và các hỗn hợp của chúng.

10. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó nhựa tạo màng bao gồm nhựa latex hoặc nhựa phân tán không chứa nước.

11. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó lớp phủ không có graphit.

12. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó lớp phủ không có polyalkylenimin.

13. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 1, trong đó độ dẫn điện của chế phẩm phủ được đóng rắn ít nhất là 1000 S/m.

14. Chế phẩm phủ dẫn điện theo điểm 12, trong đó độ dẫn điện của chế phẩm phủ được đóng rắn ít nhất là 10000 S/m.

15. Lớp phủ dẫn điện bao gồm:

màng nhựa polyme; và

các hạt cacbon graphen tạo nhiệt kết hợp với hạt graphen khác loại trong màng nhựa polyme,

trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt được tạo ra bằng cách:

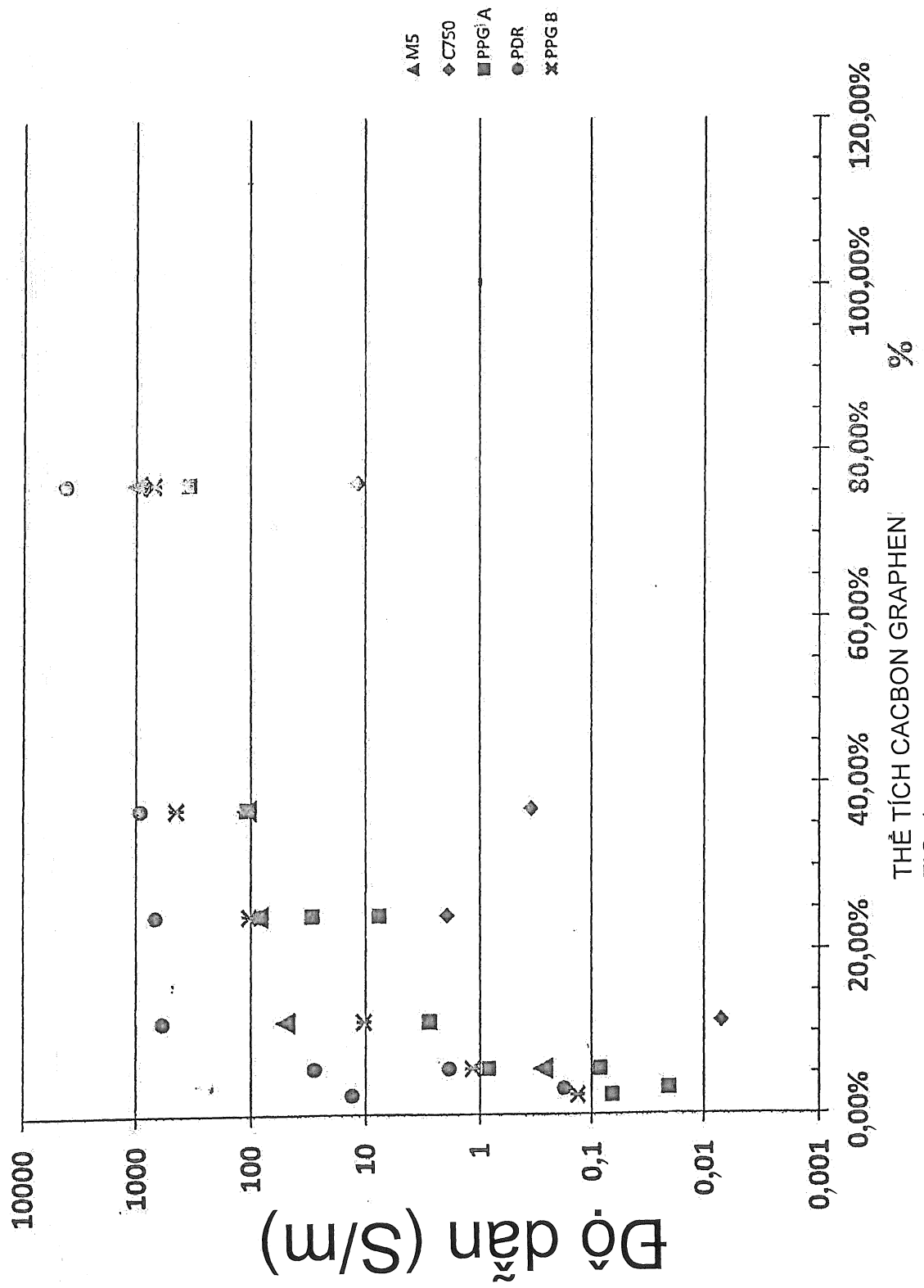
đưa nguyên liệu tiền chất chứa vật liệu tiền chất metan hoặc vật liệu tiền chất hydrocacbon có khả năng tạo thành kiểu hai đoạn cacbon vào trong vùng nhiệt có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 3500°C đến 20000°C;

gia nhiệt nguyên liệu tiền chất trong vùng nhiệt để tạo các hạt cacbon graphen từ nguyên liệu tiền chất; và

thu các hạt cacbon graphen có tỷ lệ khung trung bình lớn hơn 3:1.

16. Lớp phủ dẫn điện theo điểm 15, trong đó lớp phủ dẫn điện có độ dẫn điện ít nhất là 10 S/m.

17. Lớp phủ dẫn điện theo điểm 15, trong đó lớp phủ dẫn điện có độ dẫn điện ít nhất là 1000 S/m.
18. Lớp phủ dẫn điện theo điểm 15, trong đó lớp phủ dẫn điện có độ dẫn điện ít nhất là 10000 S/m.
19. Lớp phủ dẫn điện theo điểm 15, trong đó hạt graphen khác bao gồm các hạt cacbon graphen graphit được tróc nở được phân tán trong màng polyme.
20. Lớp phủ dẫn điện theo điểm 15, trong đó nhựa polyme bao gồm các nhựa epoxy, polyme acrylic, polyme polyeste, polyme polyuretan, polyme polyamit, polyme polyete, polyme epoxy trên cơ sở bisphenol A, polyme polysiloxan, polyme nhân-vỏ, các hạt polyme phân tán không chứa nước, các styren, các etylen, các butylen, copolyme của chúng, và các hỗn hợp của chúng.
21. Lớp phủ dẫn điện theo điểm 15, trong đó lớp phủ được làm khô đến bề dày từ 1 đến 100 micron.
22. Phương pháp sản xuất chế phẩm phủ dẫn điện bao gồm bước trộn hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt kết hợp với hạt graphen khác với nhựa tạo màng, trong đó các hạt cacbon graphen được tạo ra nhờ nhiệt được tạo ra tại ra bằng cách:
 - đưa nguyên liệu tiền chất chứa vật liệu tiền chất metan hoặc vật liệu tiền chất hydrocacbon có khả năng tạo thành kiểu hai đoạn cacbon vào trong vùng nhiệt có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 3500°C đến 20000°C;
 - gia nhiệt nguyên liệu tiền chất trong vùng nhiệt để tạo các hạt cacbon graphen từ nguyên liệu tiền chất; và
 - thu các hạt cacbon graphen có tỷ lệ khung trung bình lớn hơn 3:1.



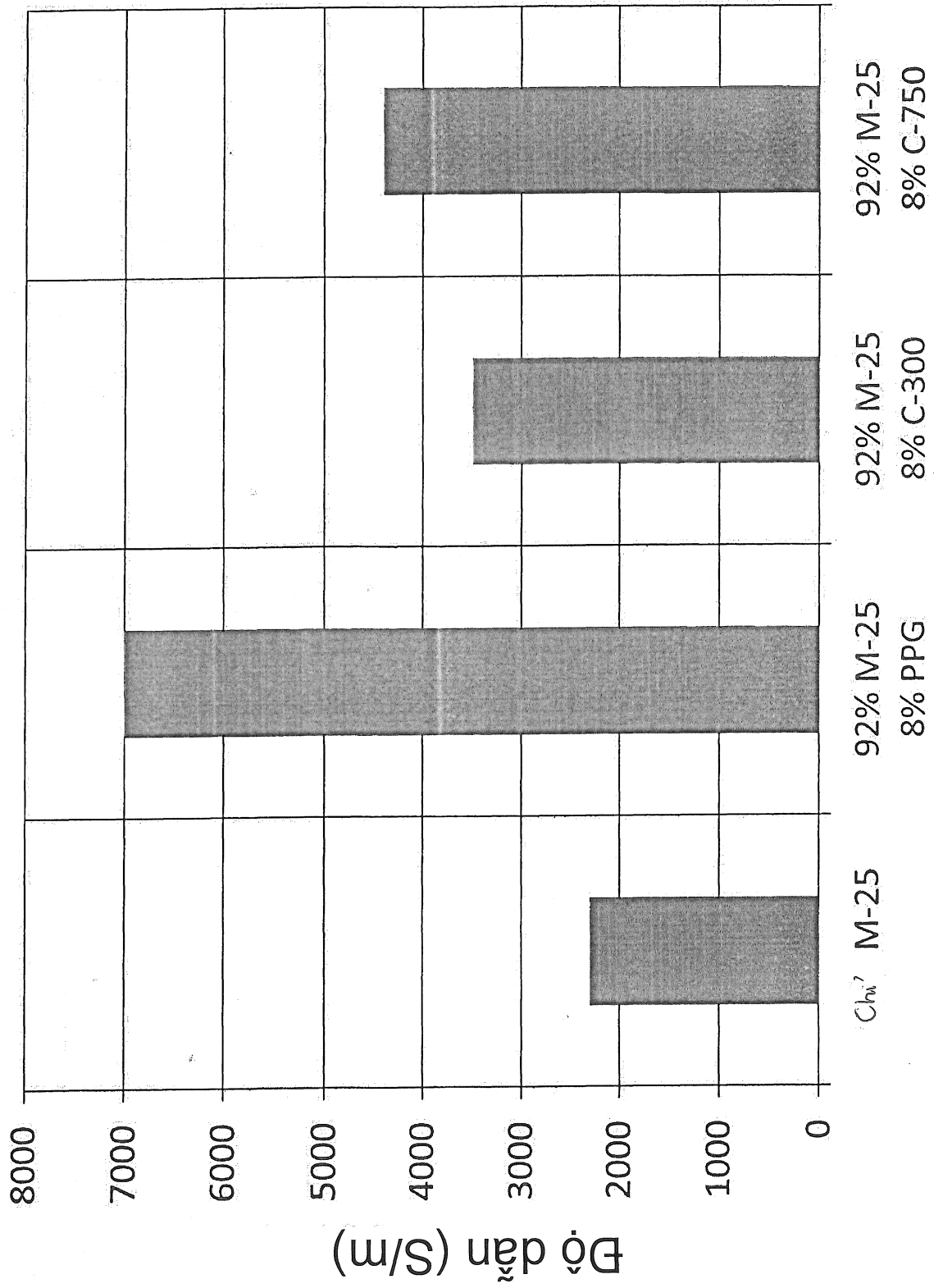


FIG. 2