

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 385 322**

51 Int. Cl.:
C08K 3/04 (2006.01)
C08K 3/38 (2006.01)
C08J 5/18 (2006.01)
C08L 23/16 (2006.01)
C08F 279/02 (2006.01)
C08L 9/02 (2006.01)
C08L 9/06 (2006.01)
H01M 8/02 (2006.01)
H01M 8/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **02755863 .4**
96 Fecha de presentación: **06.08.2002**
97 Número de publicación de la solicitud: **1414894**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **06.05.2004**

54 Título: **Composición de resina curable conductora y separador para célula de combustible**

30 Prioridad:
06.08.2001 JP 2001237949
05.09.2001 US 316983

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
23.07.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
23.07.2012

73 Titular/es:
SHOWA DENKO K.K.
13-9, SHIBA DAIMON, 1-CHOME, MINATO-KU
TOKYO 105-8518, JP

72 Inventor/es:
NOGUCHI, Masayuki;
KOBAYASHI, Tomoaki y
IINO, Tadashi

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

ES 2 385 322 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

Composición de resina curable conductora y separador para pila de combustible.

Campo Técnico

5 La presente invención se refiere a una composición de resina conductora curable con propiedades excelentes de conductividad y liberación de calor, y se refiere particularmente a un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor, y a un proceso para su producción.

Técnica Anterior

10 Convencionalmente se han utilizado metales y materiales de carbono para propósitos que requieren conductividad alta. Los materiales de carbono, en particular, al ser materiales exentos de la corrosión que es característica de los metales y al exhibir resistencia térmica, propiedades lubricantes, termoconductividad y durabilidad excelentes, han llegado a jugar un papel importante en campos tales como electrónica, electroquímica, energía, vehículos de transporte y análogos. Materiales compuestos hechos de combinaciones de materiales de carbono y materiales polímeros han alcanzado también niveles espectaculares de desarrollo, y han llegado a ser utilizados por su capacidad de eficiencia y funcionalidad continuamente crecientes. La mayor libertad en la procesabilidad de conformación permitida por combinaciones con materiales polímeros en particular ha sido una razón del desarrollo incrementado de los materiales de carbono en campos que requieren conductividad.

20 En los últimos años, a la vista de los problemas relacionados con el medio ambiente y la energía, se ha prestado mayor atención a generadores eléctricos limpios en los cuales las pilas de combustible generan electricidad por la reacción inversa a la electrólisis del agua, utilizando hidrógeno y oxígeno, y que no producen desecho alguno distinto del agua, y los materiales de carbono y polímeros juegan también un papel importante para éstos. Las pilas de combustible sólido polímero parecen sumamente prometedoras para uso en automóviles y uso personal cuando el propósito es utilización a temperaturas bajas. Tales pilas de combustible pueden exhibir generación de electricidad de alta potencia por estratificación de pilas individuales que están compuestas de un electrólito polímero sólido, electrodos de difusión de gas, un catalizador y un separador.

25 Los separadores utilizados para distribuir las pilas individuales tienen usualmente ranuras para suministro del gas combustible y el gas oxidante, y deben tener alta impermeabilidad a los gases para conseguir una separación completa de los mismos, así como alta conductividad para reducir la resistencia interna. Otros requerimientos incluyen conductividad térmica, durabilidad y robustez.

30 Con objeto de satisfacer estos requerimientos, tales separadores se han evaluado tradicionalmente desde el punto de vista tanto de los metales como de los materiales de carbono. El problema de la corrosión asociado con los metales ha suscitado intentos de recubrir las superficies con metales preciosos o carbono, pero no ha sido posible alcanzar una durabilidad adecuada, y los costes de recubrimiento han sido también un problema.

35 Por otra parte, los materiales de carbono han sido estudiados también extensamente, ejemplos de lo cual incluyen artículos moldeados obtenidos por moldeo a presión de hojas expandidas de grafito, artículos moldeados obtenidos por impregnación de un material de carbono sinterizado con una resina y curado, y artículos moldeados obtenidos por mezcla y moldeo de resina termoendurecible-carbono vítreo calcinado, polvo de carbono y una resina.

40 Por ejemplo, en la Publicación de Patente Japonesa No Examinada (Kokai) HEI No. 8-222.241 se describe un proceso complejo en el cual se añade un material aglomerante a un polvo carbonoso a fin de asegurar fiabilidad y precisión dimensional, y la mixtura se calienta y se conforma por CIP, después de lo cual se calcina y se grafitiza ésta para producir un material de grafito isotrópico que se impregna luego con una resina termoendurecible, se somete a tratamiento de curado, y se talla con ranuras por un paso de corte. Asimismo, la Publicación de Patente Japonesa No Examinada SHO No. 60-161144 describe la impregnación de una resina termoendurecible en papel que comprende polvo de carbono o fibra de carbono, seguido por estratificación del papel, prensado del estratificado y calcinación del mismo. La Publicación de Patente Japonesa No Examinada No. 2001-68128 describe el moldeo por inyección de una resina fenólica en una matriz conformada con separadores y calcinación de la misma. Dichos materiales calcinados exhiben alta conductividad eléctrica, pero el largo tiempo requerido para la calcinación reduce la productividad. Cuando es necesario un paso de corte, la productividad se reduce aún más y los costes aumentan, de tal modo que los numerosos problemas han impedido su uso futuro como materiales comunes.

50 Por otra parte, los métodos de moldeo se han considerado como medios para aumentar la productividad y reducir los costes, y los materiales utilizados para ello han sido por regla general materiales compuestos de cargas basadas en carbono y resinas. Por ejemplo, la Publicación de Patente Japonesa No Examinada SHO No. 58-53167, la Publicación de Patente Japonesa No Examinada SHO No. 60-37670, la Publicación de Patente Japonesa No Examinada SHO No. 60-246568, la Publication de Patente Japonesa Examinada (Kokoku) SHO No. 64-340 y la Publicación de Patente Japonesa Examinada HEI No. 6-22136 describen cada una un separador hecho de una resina termoendurecible tal como una resina fenólica, grafito o carbono, la Publicación de Patente Japonesa Examinada SHO No. 57-42157 describe un separador bipolar hecho de una resina termoendurecible tal como una

resina epoxi y un material electroconductor tal como grafito, y la Publicación de Patente Japonesa No Examinada HEI No. 1-311570 describe un separador que comprende una mezcla de grafito expandido y negro de carbono con una resina termoendurecible tal como una resina fenólica o resina de furano.

5 Los separadores que emplean materiales compuestos de una carga basada en carbono y una resina requieren un contenido drásticamente mayor de la carga basada en carbono para exhibir conductividad alta, pero debido a que es preciso añadir una gran cantidad de resina para mantener la conformabilidad, ha sido difícil alcanzar una conductividad suficientemente alta. Se ha intentado también conformar la composición en una hoja de alta precisión mediante rodillos o medios análogos y endurecerla en una forma de separador de pila de combustible, con objeto de mejorar la precisión de grosor que es una característica particularmente importante para los separadores de pilas de combustible, pero dado que la hoja resultante no es uniforme cuando contiene una proporción elevada de carga basada en carbono, ha sido necesario aumentar la cantidad de resina que sirve como la matriz. Como resultado, no ha sido posible alcanzar conductividad eléctrica y conductividad térmica adecuadas.

10 Cuando, para mayor conductividad eléctrica, se incluye un paso de calcinación en el que el artículo moldeado se calienta durante un periodo de tiempo largo a una temperatura elevada de 1000-3000°C, el tiempo requerido para la producción se alarga y el proceso de producción se hace complicado, aumentando aún más los costes.

15 Es un objeto de la presente invención, que se ha completado a la vista de estas circunstancias, proporcionar una composición de resina conductora curable con capacidad de carga de un contenido elevado de carga conductora y con procesabilidad de conformación excelente. Es otro objeto de la misma proporcionar un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor con propiedades excelentes de conductividad y liberación de calor, que se obtiene por conformación de la composición arriba mencionada en una hoja mientras está todavía sin curar, y curar la misma en una forma de separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor, así como un proceso para su producción.

Descripción de la Invención

25 A la vista de estas circunstancias, los autores de la presente invención han dedicado diligentemente sus esfuerzos al desarrollo de una composición conductora de resina curable compuesta principalmente de una carga basada en carbono y una composición de resina curable, en la cual el producto curado exhibiera conductividad excelente y propiedades de liberación de calor superiores y, por adición de un elastómero de peso molecular alto a una composición de resina curable, han logrado éxito en el desarrollo de una composición de resina conductora curable que permite un alto contenido de empaquetamiento de una carga basada en carbono, que exhibe procesabilidad de conformación excelente y puede conformarse en una hoja uniforme mientras se encuentra todavía en estado sin curar, así como una hoja sin curar preparada a partir de la composición. Los autores de la invención han completado la misma como un separador de pila de combustible altamente conductor, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor con precisión excelente de grosor de película delgada, y un proceso para su producción, por combinación de un material de carbono específico que contiene boro con la composición de resina curable mencionada anteriormente.

30 Dicho otro modo, la invención diseñada para alcanzar el objeto arriba mencionado se refiere a una composición de resina conductora curable de acuerdo con [1] a [20] siguientes, una hoja sin curar preparada a partir de ella, un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor que emplea el mismo y un proceso para su producción.

[1] Una composición de resina conductora curable caracterizada porque comprende (A) una composición de resina curable que comprende un elastómero con una viscosidad Mooney (ML_{1+4} (100°C)) de 25 o mayor en una proporción de 2-80% en peso y (B) un material de carbono, con una ratio en peso de componente (A) a componente (B) de 70-5:30-95.

45 [2] La composición de resina conductora curable de acuerdo con [1], caracterizada porque la composición de resina curable de componente (A) comprende (A1) un elastómero con una viscosidad Mooney (ML_{1+4} (100°C)) de 25 o mayor en una proporción de 60-10% en peso, (A2) una resina radical reactiva en una proporción de 40-90% en peso, siendo el total de los componentes (A1) y (A2) 100% en peso, y (A3) un peróxido orgánico en una proporción de 0,2-10 partes en peso para 100 partes en peso de (A1 + A2).

50 [3] La composición de resina conductora curable de acuerdo con [2], caracterizada porque el elastómero del componente (A1) es uno o una combinación de dos o más seleccionados del grupo constituido por caucho acrilonitrilo-butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno-propileno-dieno, caucho etileno-butadieno, caucho fluorado, caucho de isopreno, caucho de silicona, caucho acrílico y caucho de butadieno.

55 [4] La composición de resina conductora curable de acuerdo con [3], en donde el elastómero del componente (A1) es uno o una combinación de dos o más seleccionados del grupo constituido por caucho acrilonitrilo-butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno-

propileno-dieno, y caucho de butadieno.

- 5 [5] La composición de resina conductora curable de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [4], caracterizada porque el material de carbono del componente (B) es uno o una combinación de dos o más seleccionados del grupo constituido por polvo de grafito, polvo de grafito artificial, polvo de grafito natural, polvo de grafito expandido, fibra de carbono, fibra de carbono producida en fase vapor con un diámetro de 0,05-10 μm y una longitud de 1-500 μm , nanotubos de carbono con un diámetro de fibra de 0,5-100 nm y una longitud de fibra de 0,01-10 μm , y negro de carbono.
- [6] La composición de resina conductora curable de acuerdo con [5], en donde el polvo de grafito es polvo de grafito con un tamaño medio de partícula de 0,1-150 μm y un espaciamiento de retículo (valor C_0) de 6,745 Å o menor.
- 10 [7] La composición de resina conductora curable de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [6], caracterizada porque cuando el material de carbono del componente (B) se presuriza a una densidad aparente de 1,5 g/cm^3 , la resistividad eléctrica del polvo en la dirección perpendicular a la dirección de presurización no es mayor que 0,07 Ωcm .
- 15 [8] La composición de resina conductora curable de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [7], caracterizada porque el material de carbono del componente (B) contiene boro en una proporción de 0,05-10% en peso.
- [9] La composición de resina conductora curable de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [8], que se utiliza para moldeo en hoja.
- [10] Un proceso para producir una hoja sin curar, caracterizado porque la composición de resina conductora curable de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [9] se conforma mientras se encuentra en estado sin curar, utilizando un tipo de máquina de conformación tal como un extrusor, rodillo y calandria.
- 20 [11] Una hoja sin curar producida por el proceso de acuerdo con [10].
- [12] Una hoja sin curar de acuerdo con [10] que tiene un grosor de 0,5-3 mm y una anchura de 20-3000 mm.
- [13] Un proceso para producir una hoja curada y ranurada, caracterizado porque la hoja sin curar de acuerdo con [11] o [12] se corta o troquela, y la hoja se suministra a una matriz y se cura en caliente con una máquina de moldeo por compresión.
- 25 [14] Un separador de pila de combustible conocido por el método descrito en [13] que utiliza una matriz ranurada por una sola cara o por las dos caras.
- [15] Un separador de pila de combustible obtenido por curado de una hoja sin curar de acuerdo con [11] o [12].
- 30 [16] Un separador de pila de combustible que comprende una hoja curada obtenida por suministro de la composición de resina conductora curable de acuerdo con uno cualquiera de [1] a [9] o la hoja sin curar de acuerdo con [11] o [12] a una matriz ranurada por las dos caras y curado de la misma con una máquina de moldeo por compresión, caracterizándose el separador de pila de combustible por tener una resistividad de volumen no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}$, una resistencia de contacto no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}^2$, una conductividad térmica de al menos 1,0 W/m.K y una permeabilidad de $1 \times 10^{-6} \text{cm}^2/\text{s}$, y por contener al menos 0,1 ppm de boro.
- 35 [17] Un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor caracterizado por ser una hoja de resina conductora curada y ranurada que comprende (A) una composición curable de resina que comprende un elastómero en una proporción de 2-80% en peso basado en el peso de la composición de resina curable y (B) un material de carbono, con una ratio en peso de componente (A) de componente (B) de 70-5:30-95.
- 40 [18] El separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor, de acuerdo con [17], caracterizado porque el elastómero (A1) del componente (A) es uno o una combinación de dos o más seleccionados del grupo constituido por caucho acrilonitrilo- butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno-propileno-dieno, caucho etileno-butadieno, caucho fluorado, caucho de isopreno, caucho de silicona, caucho acrílico y caucho de butadieno.
- 45 [19] El separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor de acuerdo con [17] o [18], en donde el componente (A) comprende el elastómero en una proporción de 80-2% en peso y una resina radical reactiva en una proporción de 20-98% en peso.
- 50 [20] El separador de pila de combustible de acuerdo con uno cualquiera de [17] a [19], caracterizado por tener una resistividad de volumen no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}$, una resistencia de contacto no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}^2$, una conductividad térmica de al menos 1,0 W/m.K y una permeabilidad no mayor que $1 \times 10^{-6} \text{cm}^2/\text{s}$, y por contener al menos 0,1 ppm de boro.

Breve Descripción de los Dibujos

Fig. 1 es una ilustración que muestra un método de medida de la resistividad eléctrica del polvo de grafito.

Fig. 2 es una ilustración que muestra un método de cálculo de la resistividad eléctrica del polvo de grafito.

Fig. 3 muestra una hoja curada y ranurada por las dos caras.

5 Fig. 4 es una ilustración que muestra un método de medida de la resistencia de contacto de un producto curado.

Modo Óptimo para Realización de la Invención

La presente invención se explicará a continuación con mayor detalle.

10 El elastómero (A1) en la composición de resina curable del componente (A) de acuerdo con la invención es uno o una combinación de dos o más seleccionados de entre caucho acrilonitrilo-butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno-propileno-dieno, caucho etileno-butadieno, caucho fluorado, caucho de isopreno, caucho de silicona, caucho acrílico, caucho de butadieno, caucho con alto contenido de estireno, caucho de cloropreno, caucho de uretano, caucho especial basado en poliéter, caucho tetrafluoretileno-propileno, caucho de epíclorhidrina, caucho de norbornano y caucho de butilo.

15 De éstos, se prefieren especialmente caucho acrilonitrilo-butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno-propileno-dieno, caucho etileno-butadieno, caucho de butadieno, caucho fluorado, caucho con alto contenido de estireno, caucho especial basado en poliéter y caucho de epíclorhidrina desde el punto de vista de durabilidad, resistencia al agua y facilidad de trabajo, siendo especialmente preferidos caucho acrilonitrilo-butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno-propileno-dieno y caucho de butadieno.

20 El elastómero (A1) en la composición de resina curable del componente (A) de acuerdo con la invención tiene una viscosidad Mooney (ML_{1+4} (100°C)) de 25 o mayor, preferiblemente 40 o mayor y más preferiblemente 50 o mayor. Si la viscosidad Mooney (ML_{1+4} (100°C)) es menor que 25, la capacidad de carga de la carga de material de carbono es pobre, dificultando así la conformación continua de una hoja uniforme sin curar cuando la carga de material de carbono se rellena hasta un contenido elevado. La viscosidad Mooney puede medirse de acuerdo con JIS K6300, utilizando un dispositivo de medida de la viscosidad Mooney AM-1 (producto de Toyo Seiki Seisakusho, Ltd.). M in ML_{1+4} es la viscosidad Mooney, L indica un tipo de rotor L, 1+4 indica 1 minuto de precalentamiento y 4 min de operación del rotor, y (100°C) indica una temperatura de test de 100°C.

25 La resina radical reactiva (A2) en la composición de resina curable del componente (A) de acuerdo con la invención es una o más seleccionadas de entre resinas poliéster insaturadas, resinas de vinil-ésteres, resinas de alil-ésteres, resinas de uretano-acrilato, resinas alquídicas, resinas de ftalato de dialilo, y resinas de 1,2-polibutadieno.

30 En los campos que requieren resistencia térmica, resistencia a los ácidos y análogas, se prefiere una resina que tenga en el esqueleto molecular una estructura de anillo tal como un anillo homocíclico o heterocíclico. Por ejemplo, se prefieren resinas tales como resinas poliéster insaturadas o de vinil-ésteres que contienen bisfenol, resinas de vinil-ésteres de tipo novolaca, resinas de alil-ésteres, y resinas de ftalato de dialilo, dado que las mismas pueden mejorar la resistencia térmica, la resistencia química y la resistencia al agua caliente.

Las resinas de 1,2-polibutadieno son preferibles desde el punto de vista de resistencia térmica, resistencia química, y resistencia al agua caliente, dado que no contienen enlaces dobles en las cadenas principales.

35 De acuerdo con la invención, el componente utilizado como la composición de resina curable de componente (A) puede contener también, además de los componentes (A1) y (A2) mencionados anteriormente, un monómero radical reactivo que contiene un enlace insaturado doble tal como un grupo vinilo o alilo, para el propósito de control de la velocidad de reacción, ajuste de la viscosidad, mejora de la densidad de reticulación, adición de mayor funcionalidad, y análogos. Como ejemplos pueden mencionarse ésteres de ácidos grasos insaturados, compuestos vinil-aromáticos, ésteres vinílicos de ácidos grasos saturados o ácidos aromáticos carboxílicos y sus derivados y monómeros reticulables polifuncionales.

40 Ésteres de ácidos grasos insaturados incluyen (met)acrilatos de alquilo tales como (met)acrilato de metilo, (met)acrilato de etilo, (met)acrilato de butilo, (met)acrilato de 2-etilhexilo, (met)acrilato de octilo, (met)acrilato de dodecilo, (met)acrilato de octadecilo, (met)acrilato de ciclohexilo y (met)acrilato de metilciclohexilo; ésteres aromáticos de ácido acrílico tales como (met)acrilato de fenilo, (met)acrilato de bencilo, (met)acrilato de 1-naftilo, (met)acrilato de fluorofenilo, (met)acrilato de clorofenilo, (met)acrilato de cianofenilo, (met)acrilato de metoxifenilo y (met)acrilato de bifenilo; (met)acrilatos de haloalquilo tales como (met)acrilato de fluorometilo y (met)acrilato de clorometilo; (met)acrilatos de glicidilo, metacrilatos de alquilamino y ésteres de ácido α -cianoacrílico.

Como los compuestos vinil aromáticos pueden mencionarse estireno, α -metilestireno, cloroestireno, ácido estireno-sulfónico, 4-hidroxiestireno y viniltolueno.

Los vinil-ésteres de ácidos grasos saturados o de ácidos aromáticos carboxílicos y sus derivados incluyen acetato de vinilo, propionato de vinilo y benzoato de vinilo.

- 5 Como los monómeros reticulables polifuncionales se pueden mencionar di(met)acrilatos tales como di(met)acrilato de etilenglicol, di(met)acrilato de dietilenglicol, di(met)acrilato de trietilenglicol, di(met)acrilato de tetraetilenglicol, di(met)acrilato de tripropilenglicol, di(met)acrilato de 1,3-butilenglicol, di(met)acrilato de 1,4-butanodiol, di(met)acrilato de 1,5-pentadiol, di(met)acrilato de 1,6-hexadiol, di(met)acrilato de neopentilglicol, di(met)acrilatos de oligoésteres, di(met)acrilato de polibutadieno, 2,2-bis(4-(met)acriloiloxifenil)propano y 2,2-bis(4-m-(met)acriloiloxipirietoxi)fenil)propano; dialil-carboxilatos aromáticos tales como ftalato de dialilo, isoftalato de dialilo, isoftalato de dimetalilo, tereftalato de dialilo, 2,6-naftalenodicarboxilato de dialilo, 1,5-naftalenodicarboxilato de dialilo, 1,4-xilenodicarboxilato de dialilo y 4,4'-difenildicarboxilato de dialilo; monómeros difuncionales reticulables tales como ciclohexanodicarboxilato de dialilo y divinilbenceno; monómeros trifuncionales reticulables tales como tri(met)acrilato de trimetiloetano, tri(met)acrilato de trimetilpropano, tri(met)acrilato de pentaeritrol, isocianurato de tri(met)alilo, cianurato de tri(met)alilo, trimelitato de trialilo y clorendato de dialilo; y monómeros tetrafuncionales reticulables tales como tetra(met)acrilato de pentaeritrol.
- 10
- 15 La adición de monómeros polifuncionales reticulables se prefiere para resistencia térmica y resistencia al agua caliente mejoradas.

- El peróxido orgánico (A3) utilizado en la composición de resina curable del componente (A) de acuerdo con la invención puede ser uno cualquiera conocido públicamente tal como un peróxido de dialquilo, peróxido de acilo, hidroperóxido, peróxido de cetona, peroxiéster o análogos. Pueden mencionarse específicamente peróxido de benzoílo, peroxi-2-etilhexanato de 1-ciclohexil-1-metiltilo, peroxi-2-etilhexanato de 1,1,3,3-tetrametilbutilo, 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 1,1-bis(t-butilperoxi)ciclohexano, 2,2-bis(4,4-dibutilperoxiciclohexil)propano, peroxi-2-etilhexanato de t-hexilo, peroxi-2-etilhexanato de t-butilo, 2,5-dimetil-2,5-di(t-butilperoxi)hexano, 2,5-dimetil-2,5-di(benzoilperoxi)hexano, peroxibenzoato de t-butilo, peróxido de t-butilcumilo, hidroperóxido de p-mentano, hidroperóxido de t-butilo, hidroperóxido de cumeno, peróxido de dicumilo, peróxido de di-t-butilo, 2,5-dimetil-2,5-dibutilperoxihexano-3 y análogos.
- 20
- 25

- Aquéllos entre los arriba mencionados que tienen una temperatura de descomposición de 90°C a 190°C y una energía de activación de 30 Kcal/mol o mayor se prefieren desde el punto de vista del ciclo de conformación del producto así como en cuanto a robustez y durabilidad. Ejemplos preferidos incluyen 1,1-bis(t-butilperoxi)ciclohexano, 1,1-bis(t-butilperoxi)-3,3,5-trimetilciclohexano, 2,5-di(t-butilperoxi)-hexano, 2,5-dimetil-2,1-di(benzoilperoxi)hexano, peroxibenzoato de t-butilo, peróxido de t-butilcumilo, hidroperóxido de p-mentano, hidroperóxido de t-butilo, hidroperóxido de cumeno, peróxido de dicumilo, peróxido de di-t-butilo y 2,5-dimetil-2,5-dibutilperoxihexano-3.
- 30

Las ratios en peso del elastómero (A1) y la resina radical reactiva (A2) de la composición de resina curable son 60-10% en peso del elastómero y 40-90% en peso de la resina radical reactiva (A1 +A2= 100% en peso).

- El peróxido orgánico (A3) en la composición de resina curable se añade a 0,2-10 partes en peso para 100 partes en peso del (elastómero (A1) + resina radical reactiva (A2)). El mismo se añade más preferiblemente en una proporción de 0,5-8 en peso y aún más preferiblemente 0,8-6 partes en peso. Si la cantidad de peróxido orgánico (A3) excede de 10 partes en peso, la descomposición de peróxido orgánico conduce a una generación incrementada de gas, causando a menudo una hermeticidad reducida del producto. Para menos de 0,2 partes en peso, la densidad de reticulación del producto se reduce, disminuyendo con ello la robustez y a menudo también deteriorando la durabilidad.
- 35
- 40

- Preferiblemente, el material de carbono del componente (B) de acuerdo con la invención es uno o una combinación de dos o más seleccionados del grupo constituido por polvo de grafito, polvo de grafito artificial, polvo de grafito natural, polvo de grafito expandido, fibra de carbono, fibras de carbono producida en fase vapor con un diámetro de fibra de 0,05-10 µm y una longitud de fibra de 1-500 µm, nanotubos de carbono con un diámetro de fibra de 0,5-100 nm y una longitud de fibra de 0,01-10 µm, y negro de carbono.
- 45

El polvo de grafito es preferiblemente polvo fino de grafito con un tamaño medio de partícula de 0,1-150 µm, más preferido entre 5 y 80 µm y un espaciado de retículo (valor Co) de 6,745 Å o menor. El polvo de grafito contiene preferiblemente boro.

- Un polvo fino de grafito que contiene boro con un tamaño medio de partícula de 5-80 µm y un espaciado de retículo (valor Co) de 6,745 Å o menor puede obtenerse por adición de un compuesto de boro durante la grafitización a fin de aumentar la conductividad y la ratio capacidad de carga/resina del polvo de grafito.
- 50

Cuando no se añade boro, el grado de grafitización (cristalización) es menor y el espacio intersticial (al que se hace referencia aquí como "valor Co") aumenta, lo que hace imposible obtener un polvo de grafito con conductividad adecuadamente alta.

- El método de adición del boro no está restringido con tal que el boro y/o compuesto de boro se mezcle en el grafito, pero preferiblemente el boro está presente entre las capas de cristales de grafito, o bien una porción de los átomos
- 55

de carbono de los cristales de grafito se reemplazan con átomos de boro. Los enlaces entre los átomos de boro y los átomos de carbono, cuando una porción de los átomos de carbono están reemplazados por átomos de boro, pueden ser cualquier tipo de enlace tal como enlaces covalentes o enlaces iónicos.

- 5 Con objeto de obtener polvo de grafito, usualmente se produce en primer lugar coque. El área de partida para coque puede ser brea de base petróleo, brea de base carbón o análogos. Dichos materiales de partida se carbonizan para producir coque.

- 10 El polvo grafitizado se obtiene generalmente a partir de coque por un método de pulverización del coque antes del tratamiento de grafitización, un método de grafitización del coque propiamente dicho antes de la pulverización, o un método de adición de un aglomerante al coque y moldeo y calcinación del mismo para obtener un producto calcinado (haciéndose referencia tanto al coque como al producto calcinado como coque) que se grafitiza luego y se pulveriza para obtener un polvo. De acuerdo con la invención, se emplea preferiblemente el método de pulverización del coque antes de la grafitización. Dado que el material de partida coque debería tener preferiblemente un grado de cristalización lo más bajo posible, se prefiere un material de partida coque sometido a tratamiento térmico a no más de 2000°C y preferiblemente no más de 1200°C.

- 15 Se ha descubierto que la grafitización de polvo de coque no sólo promueve la cristalización sino que reduce también la superficie específica de las partículas y es por tanto conveniente también que dicho punto de vista.

- 20 Por ejemplo, un polvo de coque con un tamaño medio de partícula de 10 µm obtenido por pulverización de coque tiene una superficie específica de aproximadamente 14 m²/gramo, pero después de la grafitización a 2800°C o mayor, la superficie específica se reduce a 2-3 m²/g. Sin embargo, cuando la pulverización se realiza después de la grafitización, este valor es al menos 5 m²/g y en algunos casos 10 m²/g o mayor, dependiendo del tamaño de partícula. En contraste, en el método de grafitización después de la pulverización, los átomos de carbono se reordenan presumiblemente y una porción de la superficie se volatiliza a la elevada temperatura durante la grafitización, limpiando o alisando con ello la superficie y reduciendo la superficie específica.

- 25 Para la pulverización del coque se pueden emplear un pulverizador rotativo de alta velocidad (molino de martillos, molino de husillos o molino de jaula) o cualquiera de diversos tipos de molinos de bolas (molino de tambor, molino oscilante o molino planetario), molinos agitadores (molino de cuentas, molino de atrición, molino de canal o molino anular), o análogos. Pueden utilizarse también máquinas de pulverización fina, tales como un molino de tamiz, molino de turbulencia, molino supermicrométrico, molino de chorro, con selección apropiada de las condiciones. El pulverizador se utiliza para pulverizar el coque, con selección apropiada de las condiciones de pulverización y con clasificación del polvo en caso necesario, hasta un tamaño medio de partícula comprendido preferiblemente en el intervalo de 0,1-150 µm. De modo más preferible, las partículas con un tamaño inferior a 0,1 µm y/o mayores que 150 µm se separan esencialmente, dejando menos de 5% en peso o menos y preferiblemente 1% en peso o menos de tales partículas.

- 35 Preferiblemente, el polvo de grafito de esta invención contiene con preferencia boro y la granularidad del polvo de grafito, en términos de tamaño medio de partícula, es preferiblemente 0,1-150 µm, más preferiblemente 1-100 µm, y más preferiblemente aún 5-80 µm. El tamaño de partícula se midió por el método de dispersión por difracción láser. Específicamente, se pasó una muestra de 50 mg, se añadieron 50 ml de agua destilada, se añadieron posteriormente 0,2 ml de una solución acuosa al 2% de Triton (agente tensioactivo), se sometió la mezcla a difusión ultrasónica durante 3 min y se realizó luego la medida con un aparato Microtrack HRA fabricado por Nikkiso Corp.

- 40 El método de clasificación del polvo de coque puede ser uno cualquiera que permita separación, y por ejemplo, puede emplearse separación con tamices o un clasificador de aire como un clasificador centrífugo de turbulencia forzada (separador micrométrico, Turboplex, turboclasificador o superseparador) o un clasificador inercial (impactador virtual mejorado o chorro de codo). También puede utilizarse un método de separación por precipitación en fase húmeda o un método de clasificación centrífuga.

- 45 El polvo de grafito de acuerdo con la invención puede obtenerse también por adición de B elemental o H₃BO₃, B₂O₃, B₄C, BN o análogos como la fuente de boro a un polvo tal como coque antes del tratamiento de grafitización, y mezcla de boro para grafitización. En el caso de una mezcla no uniforme del compuesto de boro con el material de carbono, no sólo el polvo de grafito resulta no-uniforme, sino que la pasividad de sinterización del polvo de grafito durante la grafitización aumenta también. Para una mezcla uniforme, la fuente de boro se mezcla preferiblemente con el polvo tal como un coque, después de la preparación en forma de polvo con un tamaño de partícula no mayor que 50 µm y de modo preferible no mayor que aproximadamente 20 µm.

- 50 Se prefiere una temperatura de grafitización más alta para el polvo tal como el polvo de coque que contiene la fuente de boro, pero debido a restricciones en el aparato, etc., la misma se mantiene preferiblemente en el intervalo de 2500-3200°C. El método de grafitización utilizado puede ser un método que emplee un horno Atchison, en el cual el polvo se dispone en una vasija de grafito y se somete a electrificación directa, o un método en el cual el polvo se calienta con una unidad calentadora de grafito.

El polvo de grafito de la invención es preferiblemente uno que posee cristalinidad alta, mientras que el valor Co de la

estructura de grafito que comprende capas reticulares hexagonales apiladas es preferiblemente no mayor que 6,745 Å, de modo más preferible no mayor que 6,730 Å y de modo aún más preferible no mayor que 6,720 Å. El aumento de la cristalinidad del polvo de grafito permite que la resistencia eléctrica del producto curado se reduzca.

5 Un polvo de grafito expandido puede obtenerse, por ejemplo, por inmersión de grafito que ha alcanzado un estructura altamente cristalina, tal como grafito natural o grafito pirolítico, en una solución fuertemente oxidante tal como una solución mixta de ácido sulfúrico concentrado y ácido nítrico o una mezcla de ácido sulfúrico concentrado y peróxido de hidrógeno para producir un compuesto de grafito interlaminar, lavado con agua, y calentamiento rápido para expansión en la dirección del eje C de los cristales de grafito, pudiendo laminarse también este polvo formando una hoja y pulverizándose finalmente.

10 La fibra de carbono puede ser una fibra basada en brea producida a partir de petróleo bruto pesado, un subproducto de petróleo, alquitrán de hulla o análogos, o una fibra basada en PAN, producida a partir de poliacrilonitrilo.

15 La fibra de carbono producida en fase vapor se obtiene, por ejemplo, utilizando un compuesto orgánico tal como benceno, tolueno o gas natural como el material de partida para reacción de descomposición térmica con hidrógeno gaseoso a una temperatura de 800-1300°C en presencia de un catalizador de metal de transición tal como ferroceno. El mismo se somete luego preferiblemente a un tratamiento de grafitización a aproximadamente 2500-3200°C. Más preferiblemente, se somete a un tratamiento de grafitización a aproximadamente 2500-3200°C con un catalizador de grafitización tal como boro, carburo de boro, berilio, aluminio o silicio.

20 De acuerdo con la invención, la fibra de carbono producida en fase vapor tiene preferiblemente un diámetro de fibra de 0,05-10 µm y una longitud de fibra de 1-500 µm, teniendo más preferiblemente un diámetro de fibra de 0,1-5 µm y una longitud de fibra de 5-50 µm, y teniendo aún más preferiblemente un diámetro de fibra de 0,1-0,5 µm y una longitud de fibra de 10-20 µm.

25 Los nanotubos de carbono han sido un foco de la industria en los últimos años no sólo por su resistencia mecánica sino también por su función emisora de campo eléctrico y sus propiedades de occlusión de hidrógeno, y han comenzado a recibir atención por su función magnética. Tales nanotubos de carbono se conocen como triquitas de grafito, carbono filamentosos, fibras de grafito, tubos ultrafinos de carbono, tubos de carbono, fibrillas de carbono, microtubos de carbono y nanofibras de carbono. Los nanotubos de carbono incluyen nanotubos de carbono monocapa que comprenden un solo film de grafito que forma los tubos, y nanotubos de carbono multicapa que comprenden multi-films de grafito. Cualquiera de estos tipos puede utilizarse de acuerdo con la invención, pero se prefieren los nanotubos de carbono monocapa, dado que pueden utilizarse para obtener productos curados con mayores conductividad y resistencia mecánica.

30 Los nanotubos de carbono pueden fabricarse, por ejemplo, por el método de la descarga en arco, método de deposición de vapores con láser o método de descomposición térmica como se describe en "Carbon Nanotube Basics", Corona Publications (pp. 23-57, 1998), y pueden purificarse por métodos hidrotérmico, separación centrífuga, ultrafiltración u oxidación a fin de aumentar la pureza. Es más preferido el calentamiento a alta temperatura en una atmósfera de gas inerte a aproximadamente 2500-3200°C para eliminar las impurezas. Aún más preferido es el calentamiento a temperatura elevada en una atmósfera de gas inerte a aproximadamente 2500-3200°C junto con un catalizador de grafitización tal como boro, carburo de boro, berilio, aluminio, silicio o análogos.

35 De acuerdo con la invención, los nanotubos de carbono utilizados preferiblemente tienen un diámetro de fibra de 0,5-100 nm y una longitud de fibra de 0,01-10 µm, más preferiblemente un diámetro de fibra de 1-10 nm y una longitud de fibra de 0,05-5 µm, y aún más preferiblemente un diámetro de fibra de 1-5 nm y una longitud de fibra de 0,1-3 µm.

El tamaño de fibra y la longitud de fibra de las fibras de carbono producidas en fase vapor y los nanotubos de carbono de acuerdo con la invención puede medirse con un microscopio electrónico.

45 Como el negro de carbono pueden mencionarse negro Ketchen o negro de acetileno obtenido por combustión incompleta de gas natural o análogos o descomposición térmica de acetileno, carbono de horno obtenido por combustión incompleta de aceites hidrocarbonados o gas natural, y carbono térmico obtenido por descomposición térmica de gas natural.

50 El material de carbono del componente (B) de acuerdo con la invención, cuando tiene una densidad aparente de 1,5 g/cm³, tiene preferiblemente una resistividad eléctrica del polvo baja en la dirección perpendicular a la dirección de presurización, y preferiblemente la misma no es mayor que 0,07 Ωcm y más preferiblemente no mayor que 0,01 Ωcm. Una resistividad eléctrica del material de carbono mayor que 0,07 Ωcm da como resultado menor conductividad del producto curado obtenido por curado de la composición que comprende también la resina curable, haciendo imposible obtener el producto curado deseado.

55 Un método de medición de la resistividad eléctrica del polvo de grafito se ilustra en Fig. 1 y Fig. 2. En Fig. 1, 1 y 1' son, respectivamente, electrodos (+) y (-) hechos de placas de cobre, 2 es una barra de compresión hecha de resina, mientras que 3 es un pedestal y 4 es un marco lateral, hechos ambos de resina, 5 es una muestra de polvo

de grafito, y 6 es un conjunto de terminales para medida del voltaje dispuestos bajo la muestra y en el centro de la muestra en la dirección perpendicular a la superficie de la página del dibujo.

La resistividad eléctrica de la muestra se mide de la manera siguiente, utilizando el método de cuatro terminales ilustrado en Fig. 1 y Fig. 2. La muestra se comprime con la barra de compresión 2. Se hace fluir una corriente (I) al electrodo (-) 1' desde el electrodo (+) 1. Se mide el voltaje (V) entre los terminales 6. En este caso, el voltaje es el valor medido cuando la muestra se prensa por la barra de compresión hasta una densidad aparente de $1,5 \text{ g/cm}^3$. Si la resistencia eléctrica de la muestra (entre los terminales) es $R(\Omega)$, entonces $R = V/I$. A partir de esto es posible determinar la resistividad eléctrica por $\rho = R \cdot S/L$ (ρ : resistividad eléctrica, S = área de la sección transversal (cm^2) en la dirección de electrificación de la muestra, es decir la dirección perpendicular a la dirección de compresión, y L es la distancia entre los terminales 6 (cm)). Para la medida real, la muestra tiene una sección transversal perpendicular con una anchura de aproximadamente 1 cm, una longitud (altura) de 0,5-1 cm y una longitud en la dirección de electrificación de 4 cm, y la distancia (L) entre los terminales es 1 cm.

El boro, cuando está contenido en el material de carbono del componente (B) de acuerdo con la invención, está presente preferiblemente en una proporción de 0,05-10% en peso en el material de carbono. Si el contenido de boro es menor que 0,05% en peso, puede no ser posible obtener un polvo de grafito con la alta conductividad deseada. Un contenido de boro mayor que 10% en peso no se prefiere debido a que no puede esperarse ningún efecto adicional de conductividad mejorada del material de carbono.

En cuanto al método de adición del boro, puede utilizarse un polvo fino de grafito que contiene boro de la invención solo, o el mismo puede añadirse por mezcla con otro material de carbono. Alternativamente, se puede añadir B elemental, o B_4C , BN, B_2O_3 , H_3BO_3 o análogos como la fuente de boro a grafito artificial, grafito natural, fibra de carbono, fibra de carbono producida en fase vapor (VGCF), nanotubos de carbono (CNT) o análogos, sea solos o en mezcla, y la mixtura se mezcla concienzudamente y se somete a tratamiento de grafitización a aproximadamente 2500-3200°C.

La composición de resina curable (A) y el material de carbono (B) de la invención están presentes en una ratio en peso de 70-5:30-95. Si la cantidad de componente (A) añadida excede de 70% en peso y la cantidad del material de carbono (B) es menor que 30% en peso, la conductividad del producto curado se reduce. La ratio de componente (A) y componente (B) es más preferiblemente 45-5:55-95, y más preferiblemente aún 20-10:80-90.

La composición de resina conductora curable de la invención puede contener también aditivos tales como fibras de vidrio, cargas de fibras inorgánicas, fibras orgánicas, estabilizadores ultravioleta, antioxidantes, agentes antiespumantes, agentes de nivelación, agentes de liberación, lubricantes, repelentes del agua, espesantes, agentes de baja contracción, mejoradores hidrófilos, adyuvantes de reticulación, etc. para el propósito de mejorar la dureza, robustez, conductividad, conformabilidad, durabilidad, resistencia a la intemperie, resistencia al agua y análogos.

Con objeto de obtener una composición de resina conductora curable de acuerdo con la invención, los componentes arriba mencionados se mezclan hasta uniformidad máxima utilizando una máquina mezcladora o un amasador utilizada(o) comúnmente en el campo de las resinas, tal como un rodillo, extrusor, amasador, mezclador Banbury, mezclador Henschel, mezclador planetario o análogos, mientras se mantienen a una temperatura a la cual la mixtura no comienza a endurecerse. Cuando se va a añadir un peróxido orgánico, la totalidad de los restantes componentes pueden mezclarse primeramente de modo uniforme y añadir el peróxido orgánico finalmente.

La composición de resina conductora curable obtenida se conforma una sola vez utilizando un extrusor, rodillo, calandria o análogos en una hoja de espesor y anchura prescritos a una temperatura a la cual la composición no comienza a curarse, a fin de obtener un separador de pila de combustible con alta precisión de espesor. Por ejemplo, cuando se utiliza un extrusor, la composición de resina conductora curable en forma de polvo o grumos se carga en un extrusor equipado con una matriz de moldeo en hoja a una temperatura de 60-100°C, se somete a moldeo por extrusión, y se recoge luego en una cinta transportadora o análogos. Para moldeo con precisión de espesor mayor aún, se lleva a cabo preferiblemente calandrado con un rodillo o calandria después de moldeo en el extrusor. El moldeo por extrusión se lleva a cabo preferiblemente a vacío a fin de eliminar poros o aire en la hoja. Cuando se utiliza un rodillo, la composición de resina conductora curable en polvo o forma de grumos se introduce entre dos rodillos mantenidos a una temperatura de 20-100°C, que giran a velocidad igual, para conformación en una hoja, y se recoge luego por una cinta transportadora o análoga. Para moldeo con precisión de espesor mayor aún, el calandrado se realiza preferiblemente con un rodillo o calandria después de la formación de la hoja.

El producto de resina conductora curada obtenido a partir de la composición de resina conductora curable de la invención no está limitado particularmente en cuanto a su uso, pero fue desarrollado para el propósito de fabricar un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor, y por consiguiente es muy adecuado como separador de combustible, ensamblaje para una pila, electrodo o placa de liberación de calor.

Para fabricación de un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor a partir de una hoja obtenida de la manera arriba descrita, la hoja se corta o se troquea al tamaño deseado, después de lo cual se insertan una hoja o dos o más hojas en un molde ranurado por una sola cara o por

5 las dos caras, y se cura en caliente con una máquina de moldeo por compresión, para obtener un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor. La cavidad se pone a vacío preferiblemente durante el curado a fin de obtener un producto exento de defectos. Después del curado, cualquier deformación en el producto se corrige preferiblemente por enfriamiento bajo compresión de 3 MPa o mayor entre las placas de la prensa mantenida a 10-50°C.

10 En cuanto a las condiciones para el curado, es importante hallar y seleccionar la temperatura óptima para el tipo de composición. Por ejemplo, las condiciones pueden determinarse adecuadamente en un intervalo de temperatura de 120-200°C, durante un periodo de 30-1200 segundos. Cuando se termina este curado, puede obtenerse un producto completamente curado por post-curado en un intervalo de temperatura de 150-200°C durante un periodo de 10-600 minutos. El post-curado puede eliminar la deformación en el producto si se aplica una presión de 5 MPa o mayor.

15 El separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor de la invención tiene preferiblemente las características siguientes. Específicamente, la resistividad de volumen es con preferencia no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}$ y más preferiblemente no mayor que $8 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$, siendo particularmente preferido $5 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$ o menos para uso como un separador de pila de combustible. La resistencia de contacto es preferiblemente no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}^2$, más preferiblemente no mayor que $1 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}^2$ y especialmente $7 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}^2$.

20 La conductividad térmica es preferiblemente al menos 1,0 W/m·K, más preferiblemente al menos 4,0 W/m·K y especialmente al menos 10 W/m·K. La permeabilidad a los gases, que es una característica importante para un separador de pila de combustible, es preferiblemente no mayor que $1 \times 10^{-6} \text{cm}^2/\text{s}$, más preferiblemente no mayor que $1 \times 10^{-8} \text{cm}^2/\text{s}$ y especialmente no mayor que $1 \times 10^{-9} \text{cm}^2/\text{s}$.

Fig. 3 muestra una realización de una hoja curada ranurada por las dos caras. El uso de tales hojas curadas ranuradas por las dos caras para la construcción de pilas de combustible es conocido y no se considera necesaria una explicación del mismo (véase, por ejemplo, la Publicación de Patente Japonesa no Examinada SHO NO. 58-53167).

25 La composición de resina conductora curable de la invención permite la conformación de una hoja continua incluso con alta compactación del material de carbono, y es por consiguiente óptima para uso como un material compuesto en campos que requieran precisión de espesor, tales como separadores de pilas de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor. Los productos curados obtenidos a partir de ella exhiben la conductividad eléctrica y la conductividad térmica del grafito sin límites, y son altamente funcionales desde el punto de vista de la resistencia térmica, resistencia a la corrosión y precisión de moldeo. Por consiguiente, los mismos son útiles en el campo de la electrónica y para usos tales como dispositivos eléctricos y mecánicos o vehículos, siendo particularmente adecuados como materiales para separadores de pilas de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor.

EJEMPLOS

35 La presente invención se explicará a continuación con mayor detalle a modo de ejemplos, entendiéndose que los mismos no son en modo alguno limitantes de la invención.

Los materiales utilizados eran como sigue.

Componente (A) (composición de resina curable)

A1: Elastómero

40 NBR1 (caucho acrilonitrilo-butadieno; Nipol DN003 fabricado por Nihon Zeon, viscosidad Mooney (ML_{1+4} (100°C): 78)

NBR2 (caucho acrilonitrilo-butadieno; Nipol 1312 fabricado por Nihon Zeon, viscosidad Mooney (ML_{1+4} (100°C): no determinable debido a su forma líquida)

EPDM (caucho etileno-propileno-dieno; EP25 fabricado por Nihon Synthetic Rubber, viscosidad Mooney (ML_{1+4} (100°C): 90)

45 SBR (caucho estireno-butadieno; SL574 fabricado por Nihon Synthetic Rubber, viscosidad Mooney (ML_{1+4} (100°C): 64)

A2: Resina radical reactiva

ALE (resina de alil-éster; AA101 fabricada por Showa Denko K.K.)

50 VE1 (resina de vinil-éster; muestra que contiene 5% en peso de ftalato de dialilo basado en novolaca fenólica, fabricado por Showa Highpolymer Co. Ltd; viscosidad: 2,1 (Pa·s, 80°C))

VE2 (resina de vinil-éster; H-600 fabricada por Showa Highpolymer Co. Ltd.)

UP (resina poliéster insaturada; Upica 5836 fabricada por Nihon Upica)

A3. Peróxido orgánico

DCP (peróxido de dicumilo; Percumyl D fabricado por Nihon Oils and Fats)

Componente (B) (material de carbono)

5 B1: Se obtuvo un polvo fino de grafito que contenía boro por el método siguiente.

Coque LPC-S fabricado por Nippon Steel Chemical Co., Ltd., un coque no acicular (natural calcinado) (al que se hace referencia en lo sucesivo como "coque A") se pulverizó groseramente hasta un tamaño de 2-3 mm con un pulverizador (producto de Hosokawa Micron Co., Ltd.). El producto crudo pulverizado se pulverizó finamente con un molino de chorro (IDS2UR, producto de Nihon Pneumatic Co., Ltd.). Se ajustó luego al tamaño de partícula deseado por tamizado. Las partículas de 5 μm y menores se eliminaron por clasificación con aire utilizando un turboclasificador (PC15N, producto de Nissin Engineering Co., Ltd.). Después de añadir 0,6 kg de carburo de boro (B_4C) a una porción de 14,4 kg del producto pulverizado ajustado finamente, la mixtura se mezcló durante 5 minutos utilizando un mezclador Henschel a 800 rpm. La mixtura se puso luego en una vasija de grafito provista de tapa con un diámetro interior de 40 cm y un volumen de 40 litros, y la vasija se introdujo en un horno de grafitización equipado con calentador de grafito y se grafitizó a una temperatura de 2900°C. Después de dejar enfriar, se retiró el polvo para obtener 14 kg de polvo. El polvo fino de grafito resultante tenía un tamaño medio de partícula de 20,5 μm , un espaciamiento de retículo (valor Co) de 6,716 Å y un contenido de B de 1,3% en peso.

B2: Se obtuvo polvo fino de grafito exento de boro por el método siguiente.

El coque A se pulverizó groseramente a un tamaño de 2-3 nm con un pulverizador. El producto crudo pulverizado se pulverizó finamente con un molino de chorro. Se ajustó luego al tamaño de partícula deseado por tamizado. Las partículas de 5 μm y menores se eliminaron por clasificación con aire utilizando un turboclasificador. El polvo se puso luego en una vasija de grafito provista de tapa con un diámetro interior de 40 cm y un volumen de 40 litros, y la vasija se situó en un horno de grafitización equipado con calentador de grafito y se grafitizó a una temperatura de 2900°C. Después de dejar enfriar, se retiró el polvo para obtener un polvo fino de grafito. El polvo fino de grafito resultante tenía un tamaño medio de partícula de 20,5 μm , un espaciamiento de retículo (valor Co) de 6,758 Å y un contenido de B de 0% en peso.

LUGF: Grafito artificial: UFG30 fabricado por Showa Denko, K.K.)

EXP: Grafito expandido; EXP-50EL fabricado por Nihon Graphite Industry.

30 VGCF: Fibra de carbono producida en fase vapor; VCGF-G (diámetro de fibra: 0,1-0,3 μm , longitud de fibra: 10-50 μm) fabricada por Showa Denko, K.K.

CNT: Nanotubos de carbono que se obtuvieron por el método siguiente.

En una barra de grafito con un diámetro de 6 mm y una longitud de 50 mm, se abrió un orificio con un diámetro de 3 mm y una profundidad de 30 mm desde el extremo a lo largo del eje central, y se compactó en su interior un polvo mixto de rodio (Rh): platino (Pt): grafito (C) en una ratio en peso de 1:1:1, para fabricar un ánodo. Se fabricó por separado un cátodo hecho de grafito de pureza 99,98% con un diámetro de 13 mm y una longitud de 30 mm. Los electrodos se colocaron uno frente al otro en un reactor y se conectaron a una fuente de potencia de corriente continua. El interior del reactor se sustituyó con gas helio de 99,9%, y se realizó una descarga de arco de corriente continua. El hollín (hollín de cámara) que se adhería al interior del reactor y el hollín acumulado en el cátodo (hollín de cátodo) se recogieron. Las condiciones de presión y corriente en el reactor eran 60 Torr y 70 A. Durante la reacción, la separación entre el ánodo y el cátodo se mantuvo constantemente a 1-2 mm.

El hollín recogido se introdujo en un disolvente mixto 1:1 de agua y etanol y se sometió a dispersión por ultrasonidos, después de lo cual se recuperó la dispersión y se eliminó el disolvente con un evaporador rotativo. La muestra se dispersó por ultrasonidos en una solución acuosa al 0,1% de cloruro de benzalconio como agente tensioactivo aniónico, y se centrifugó luego a 5000 rpm durante 30 minutos, después de lo cual se recuperó la dispersión. La dispersión se trató luego térmicamente durante 5 horas al aire a 350°C para modificación a fin de obtener nanotubos de carbono con un diámetro de fibra de 1-10 nm y una longitud de fibra de 0,5-5 μm .

Las propiedades del producto curado se midieron por los métodos siguientes.

Resistividad de volumen inherente:

Medida por el método de las cuatro sondas de acuerdo con JIS K7194.

50 Resistencia de contacto:

Utilizando el aparato que se muestra en Fig. 4, se pusieron en contacto una pieza de test 21 (20 mm x 20 mm x 2 mm) y un panel de carbono 22 ($1,5 \times 10^{-3} \Omega\text{cm}$, 20 mm x 20 mm x 1 mm), se estratificaron entre placas de cobre 23, y se aplicó una carga de 98 N. Se pasó una corriente continua de 1 A a su través en dirección transversal a la alimentación, y se pusieron luego en contacto los terminales 24 con la interfaz entre la pieza de test 21 y el panel de carbono 22 para medir el voltaje, calculándose así el valor de la resistencia. Este valor se multiplicó por el área de la sección transversal de contacto a fin de obtener la resistencia de contacto.

Resistencia a la flexión, módulo de flexión y tensión de flexión:

Se midió una pieza de test por el método de test de la resistencia a la flexión de 3 puntos en condiciones con una holgura de separación de 64 mm y una tasa de plegado de 2 mm/min, de acuerdo con JIS K6911. El tamaño de la pieza de test era 100 x 10 x 1,5 mm.

Conductividad térmica:

Una pieza de test (\varnothing 10 mm, espesor: 1,7 mm) se midió por el método del flash de láser (método $T_{1/2}$ utilizando un Aparato de Medida Constante de Flash Térmico de Láser LF/TCM FA8510B, fabricado por Rigaku Denki), en condiciones de temperatura de 80°C, vacío, y luz láser de rubí (voltaje de excitación: 2,5 kV).

Permeabilidad a los gases:

Se midió de acuerdo con el método A de JIS K7126, utilizando gas He a 23°C.

Conformabilidad en hoja:

Utilizando dos rodillos de 10 pulgadas (25 cm) en condiciones de temperatura de rodillo de 60°C, una anchura de separación de rodillo de 2 mm y una velocidad de rotación de 15 rpm, se introdujo la composición de resina conductora curable para moldeo en hoja, y se evaluaron la conformabilidad y el aspecto.

Contenido de boro del material de carbono:

Se midió utilizando un espectrómetro de masas en plasma inductivo acoplado (ICP-MS) (SPQ9000, producto de Seiko Instrument Inc.)

Precisión de superficie:

La superficie de la hoja curada se divide uniformemente en 16 secciones, se mide el espesor de la hoja en el punto central de cada sección, y se calcula la media aritmética del espesor.

Ejemplos 1-5, 6-15, Ejemplo de Referencia 6, y Ejemplo Comparativo 3

En los ejemplos 1-15 y el Ejemplo Comparativo 3, se utilizó un amasador de presurización (volumen: 1 l) durante 1 minuto para amasar un componente elastómero en condiciones de temperatura de 70°C y una velocidad de rotación de 40 rpm. A continuación, se cargaron una resina radical reactiva y un material de carbono y se amasaron con lo anterior durante 5 minutos, después de lo cual se cargó DCP y se amasó con todo lo anterior durante 2 minutos. El volumen total de la composición se ajustó para llenar 80% en volumen del volumen del amasador. Después del amasado, la composición se moldeó en una hoja de 2 mm de espesor utilizando un rodillo doble de 10 pulgadas (25 cm) en condiciones de temperatura de rodillo de 60°C, anchura de separación de rodillos de 2 mm y velocidad de rotación elevada de 15 rpm, se cortó la hoja y se insertó en una matriz capaz de formar una placa de 100 x 100 x 1,5 mm, y se utilizó una máquina de moldeo por compresión a 50 t durante 5 minutos de curado con una temperatura de la matriz de 170°C y una presión de 30 MPa para obtener un producto curado.

Ejemplos Comparativos 1-2

En los Ejemplos Comparativos 1-2, se utilizó un amasador de presurización (volumen: 1 l) durante 1 minuto para amasar un componente elastómero cargado en condiciones de temperatura de 70°C y velocidad de rotación de 40 rpm. A continuación, se cargaron una resina radical reactiva y un material de carbono y se amasaron con lo anterior durante 5 minutos, después de lo cual se cargó DCP y se amasó con todo lo anterior durante 2 minutos. Se ajustó el volumen total de la composición para llenar 80% en volumen del volumen del amasador. El producto amasado se insertó en una matriz capaz de formar una placa de 100 x 100 x 1,5 mm, y se utilizó una máquina de moldeo por compresión a 50 t durante 5 minutos de curado con una temperatura de matriz de 170°C y una presión de 30 MPa para obtener un producto curado.

Ejemplo 16

En el Ejemplo 16, la composición utilizada en el Ejemplo 1 se conformó en una hoja sin curar de 1,7 mm de espesor utilizando un rodillo doble de 10 pulgadas (25 cm) en condiciones de temperatura de rodillo de 60°C, una anchura de separación de rodillos de 1,7 mm y una velocidad de rotación igual de 15 rpm, se cortó la hoja sin curar a un tamaño de 280 x 200 mm y las hojas cortadas se injertaron en una matriz capaz de formar una placa con un tamaño de 280

x 200 x 1,5 mm y que tenía ranuras de 1 mm de abertura en ambos lados, y se utilizó una máquina de moldeo por compresión de 500 toneladas durante 3 minutos de curado con una temperatura de la matriz de 170°C y una presión de 60 MPa para obtener un cuerpo curado ranurado por las dos caras.

Ejemplo 17

- 5 En el Ejemplo 17, la composición utilizada en el Ejemplo 1 se moldeó por extrusión en una hoja de 1,8 mm de espesor y 70 mm de anchura utilizando un extrusor de un solo tornillo de 60 Ø en condiciones de temperatura de 60-90°C y una velocidad de rotación de 40 rpm, se cortó la hoja sin curar en hojas que tenían un tamaño de 200 x 70 mm y las hojas cortadas se dispusieron en paralelo en una matriz capaz de formar una placa con un tamaño de 280 x 200 x 1,5 mm y que tenía ranuras de 1 mm de separación en ambas caras, y se utilizó una máquina de moldeo por compresión de 500 toneladas durante 3 minutos de curado con una temperatura de la matriz de 170°C y una presión de 60 MPa para obtener un cuerpo curado ranurado por las dos caras.

Ejemplo Comparativo 4

- 15 En el Ejemplo Comparativo 4, la composición utilizada en el Ejemplo 1 se pulverizó utilizando un molino Wiley refrigerado (producto de YOSHIDA SEISAKUSHO CO., LTD), las hojas cortadas se dispusieron en paralelo en una matriz capaz de formar una placa con un tamaño de 280 x 200 x 1,5 mm y que tenía ranuras de 1 mm de separación en ambas caras, y se utilizó una máquina de moldeo por compresión de 500 toneladas durante 3 minutos de curado con una temperatura de la matriz de 170°C y una presión de 60 MPa para obtener un cuerpo curado por las dos caras.

Ejemplo Comparativo 5

- 20 En el Ejemplo Comparativo 5, la composición utilizada en el Ejemplo Comparativo 2 se pulverizó utilizando un molino Wiley refrigerado (producto de YOSHIDA SEISAKUSHO CO., LTD), las hojas cortadas se dispusieron en paralelo en una matriz capaz de formar una placa con un tamaño de 280 x 200 x 1,5 mm y que tenía ranuras de 1 mm de separación en ambas caras, y se utilizó una máquina de moldeo por compresión de 500 toneladas durante 3 minutos de curado con una temperatura de matriz de 170°C y una presión de 60 MPa para obtener un cuerpo curado ranurado por las dos caras.

Ejemplo 18

En el Ejemplo 18, se evaluaron las propiedades de la hoja curada ranurada por las dos caras del Ejemplo 16 como un separador de pila de combustible.

Ejemplo 19

- 30 En el Ejemplo 19, se evaluaron las propiedades del cuerpo curado ranurado por las dos caras del Ejemplo 17 como un separador de pila de combustible

Ejemplo Comparativo 6

En el Ejemplo Comparativo 6, se evaluaron las propiedades del cuerpo curado ranurado por las dos caras del Ejemplo Comparativo 4 como un separador de pila de combustible

- 35 **Ejemplo Comparativo 7**

En el Ejemplo Comparativo 7, se evaluaron las propiedades del cuerpo curado ranurado por las dos caras del Ejemplo Comparativo 5 como un separador de pila de combustible

Los resultados de los Ejemplos 18 y 19 y los Ejemplos Comparativos 6 y 7 se muestran en la Tabla 4.

Tabla 1

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5	Ej. Ref. 6	Ej. Comp. 1	Ej. Comp. 2	Ej. Comp. 3
Elastómero	NBR1	20			10	20	80			90
	NBR2							20		
	EPDM		15		10					
Resina radical reactiva	SBR			30						
	ALE	80	85	70	80	80	20	80	100	10
Peróxido Orgánico	VE1									
	DCP	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Material de carbono	B1	500	500	500	500	600	500	500	500	600
Conformabilidad en hoja ^{*1}		O	O	O	O	O	O	X	X	O
Resistividad de volumen	mΩ·cm	5	4	8	5	4	15	5	3	33
Resistencia de contacto	mΩ·cm ²	6	5	7	6	5	18	6	8	35
Conductividad térmica	W/mK	15	17	14	15	15	12	17	15	8
Resistencia a la flexión	MPa	45	55	50	55	65	15	30	65	8
Módulo de flexión	GPa	14	15	12	15	20	5	12	21	0,5
Esfuerzo de flexión	%	0,5	0,5	0,7	0,6	0,5	≥3,5	0,4	0,3	≥3,5

*1 O: Conformación continua con éxito de hoja uniforme.

X: Imposible formar una hoja; se mantenía en forma de polvo

Tabla 2

	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 10	Ejemplo 11	Ejemplo 12	Ejemplo 13	Ejemplo 14	Ejemplo 15
Elastómero	20	20	20	20	20	30	30	30	30
Resina radical reactiva	80	80	80	80	80				
						70	70	70	70
Peróxido orgánico	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Material de carbono	500	500	400	400	400	350	350	350	300
						100	100	100	100
			50						
				50	50				
Contenido de boro del material de carbono (% peso)	1,3	0	1,14	1,12	0	0,89	0	0,97	0
Resistividad de volumen	4	15	3	2	10	6	20	5	33
Resistencia de contacto	6	20	4	3	16	8	40	6	35
Conductividad térmica	15	16	12	11	11	18	19	8	8
Resistencia a la flexión	50	47	48	53	52	45	44	41	8
Módulo de flexión	10	11	11	12	12	10	11	9	1
Esfuerzo de flexión	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,6	0,6	0,6	0,6

Tabla 3

	Conformación de prensado en hoja		Conformación de prensado en polvo	
	Ejemplo 16	Ejemplo 17	Ej. Comp. 4	Ej. Comp. 5
Precisión de superficie	Laminación ±0,04	Extrusión ±0,04		
Coefficiente de permeabilidad a los gases	10 ⁻¹⁰	10 ⁻⁹	10 ⁻⁵	10 ⁻⁵
	mm		±0,08	±0,12

Tabla 4

	Ejemplo 18	Ejemplo 19	Ej. Comp.6	Ej. Comp.7
Resistividad de volumen	5	5	8	10
Resistencia de contacto	6	6	9	12
Conductividad térmica	15	15	16	16
	mΩ·cm			
	mΩ·cm ²			
	W/mK			

5 La Tabla 1 muestra que la adición de un elastómero con una viscosidad Mooney alta permite una conformación satisfactoria en hoja incluso con un alto grado de compactación del material de carbono. Cuando no estaba presente ningún elastómero, la adición del material de carbono en proporción mayor que 80% en peso daba como resultado un compuesto con un estado pulverulento después del amasado. El Ejemplo Comparativo 3 demuestra que la adición de una gran cantidad de elastómero da como resultado menor conductividad.

La Tabla 2 muestra que la inclusión de boro en el material de carbono proporciona productos curados con alta conductividad.

La Tabla 3 muestra que la conformación a presión en hoja proporciona placas en forma de separador de pila de combustible con una elevada precisión superficial (precisión de grosor) e impermeabilidad satisfactoria a los gases.

10 La Tabla 4 muestra que un cuerpo curado ranurado por las dos caras obtenido por prensado en hoja exhibe eficiencias satisfactorias como separador de pila de combustible.

15 De acuerdo con la invención, la adición de un elastómero con viscosidad Mooney elevada daba como resultado la obtención de composiciones de resina conductoras curables con excelente conformabilidad en hoja y permitía un alto grado de compactación de los materiales de carbono. La utilización de materiales de carbono que contenían boro como materiales de carga proporcionaba composiciones que exhibían a la vez propiedades de alta conductividad y alta liberación de calor que, cuando se conformaron en hoja utilizando un extrusor, rodillo, calandria o análogos y se curaron por conformación a presión, producían separadores de pila de combustible delgados de gran área con excelente impermeabilidad a los gases y precisión superficial.

Aplicabilidad Industrial

20 La composición de resina conductora curable de la invención proporciona productos curados con excelentes propiedades de conductividad y liberación de calor que son muy adecuados como materiales que no han podido obtenerse en la técnica anterior, por ejemplo, en el campo de la electrónica y para diversos propósitos y piezas tales como productos eléctricos, piezas mecánicas, partes de vehículos y análogos, y que son especialmente útiles como materiales para separadores en pilas de combustible tales como pilas de combustible sólido polímero.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de resina conductora curable caracterizada porque comprende (A) una composición de resina curable y (B) un material de carbono, con una ratio en peso de componente (A) a componente (B) de 70-5:30-95,
- 5 5 caracterizada porque la composición de resina curable del componente (A) comprende (A1) un elastómero con una viscosidad Mooney (MN_{1+4} (100°C)) de 25 o mayor en una proporción de 60-10% en peso, (A2) una resina radical reactiva en una proporción de 40-90% en peso, siendo el total de los componentes (A1) y (A2) 100% en peso, y (A3) un peróxido orgánico en una proporción de 0,2-10 partes en peso para 100 partes en peso de (A1 + A2), en donde la resina radical reactiva es una o más seleccionada(s) de entre resinas poliéster insaturadas, resinas de vinil-ésteres, resinas de alil-ésteres, resinas de uretano, resinas de ftalato de dialilo y resinas de 1,2-polibutadieno.
- 10 2. La composición de resina conductora curable de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque el elastómero del componente (A1) es uno o una combinación de dos o más seleccionados del grupo constituido por caucho acrilonitrilo-butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno-propileno-dieno, caucho etileno-butadieno, caucho fluorado, caucho de isopreno, caucho de silicona, caucho acrílico y caucho de butadieno.
- 15 3. La composición de resina conductora curable de acuerdo con la reivindicación 2, en donde el elastómero del componente (A1) es uno o una combinación de dos o más seleccionados del grupo constituido por caucho acrilonitrilo-butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno propileno-dieno, y caucho de butadieno.
- 20 4. La composición de resina conductora curable de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque el material de carbono del componente (B) es un material seleccionado del grupo constituido por polvo de grafito, polvo de grafito artificial, polvo de grafito natural, polvo de grafito expandido, fibra de carbono, fibra de carbono producida en fase vapor con un diámetro de fibra de 0,05-10 μm y una longitud de 1-500 μm , nanotubos de carbono con un diámetro de 0,5-100 nm y una longitud de 0,01-10 μm , y negro de carbono, o una mezcla de los mismos.
- 25 5. La composición de resina conductora curable de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el polvo de grafito es polvo de grafito con un tamaño medio de partícula de 0,1-150 μm y un espaciado de retículo (valor Co) de 6,745 Å o menor.
- 30 6. La composición de resina conductora curable de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque cuando el material de carbono del componente (B) se presuriza hasta una densidad aparente de 1,5 g/cm^3 , la resistividad eléctrica del polvo en la dirección perpendicular a la dirección de presurización no es mayor que 0,07 Ωcm .
7. La composición de resina conductora curable de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque el material de carbono del componente (B) contiene boro en una proporción de 0,05-10% en peso.
- 35 8. La composición de resina conductora curable de acuerdo con la reivindicación 1, que se utiliza para moldeo en hoja.
9. Un proceso para producción de una hoja sin curar, caracterizado porque la composición de resina conductora curable de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 se conforma mientras se encuentra en estado sin curar, utilizando un tipo de máquina de conformación tal como un extrusor, rodillo y calandria.
10. Una hoja sin curar producida por el proceso de acuerdo con la reivindicación 9.
- 40 11. La hoja sin curar de acuerdo con la reivindicación 10, que tiene un espesor de 0,5-3 mm y una anchura de 20-3000 mm.
12. Un proceso para producir una hoja curada ranurada, caracterizado porque la hoja sin curar de acuerdo con la reivindicación 10 se corta o se troquea, y la hoja se suministra a una matriz y se cura por calentamiento con una máquina de moldeo por compresión.
- 45 13. Un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor, producido(a) por el proceso que se describe en la reivindicación 12 utilizando una matriz ranurada por una sola cara o por las dos caras.
14. Un separador de pila de combustible obtenido por curado de la hoja sin curar de acuerdo con la reivindicación 10.
- 50 15. Un separador de pila de combustible que comprende un cuerpo curado obtenido por suministro de la composición de resina conductora curable de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 o la hoja sin curar de acuerdo con la reivindicación 10 a una matriz ranurada por las dos caras y curado de la misma con una

máquina de moldeo por compresión, caracterizándose el separador de pila de combustible por tener una resistividad de volumen no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}$, una resistencia de contacto no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}^2$, una conductividad térmica de al menos $1,0 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ y una permeabilidad a los gases no mayor que $1 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$, y por contener al menos $0,1 \text{ ppm}$ de boro.

- 5 16. Un separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor caracterizado(a) por ser una hoja de resina curada conductora ranurada que comprende la composición de resina conductora curable de acuerdo con la reivindicación 1.
- 10 17. El separador de pila de combustible, un ensamblaje para una pila, un electrodo o una placa de liberación de calor de acuerdo con la reivindicación 16, caracterizado(a) porque el elastómero del componente (A1) es uno o una combinación de dos o más seleccionados del grupo constituido por caucho acrilonitrilo-butadieno, caucho de nitrilo hidrogenado, caucho estireno-butadieno, caucho etileno-propileno, caucho terpolímero etileno-propileno-dieno, caucho etileno-butadieno, caucho fluorado, caucho de isopreno, caucho de silicona, caucho acrílico y caucho de butadieno.
- 15 18. El separador de pila de combustible de acuerdo con la reivindicación 16, caracterizado por tener una resistividad de volumen no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}$, una resistencia de contacto no mayor que $2 \times 10^{-2} \Omega\text{cm}^2$, una conductividad térmica de al menos $1,0 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ y una permeabilidad a los gases no mayor que $1 \times 10^{-6} \text{ cm}^2/\text{s}$, y por contener al menos $0,1 \text{ ppm}$ de boro.

Fig.1

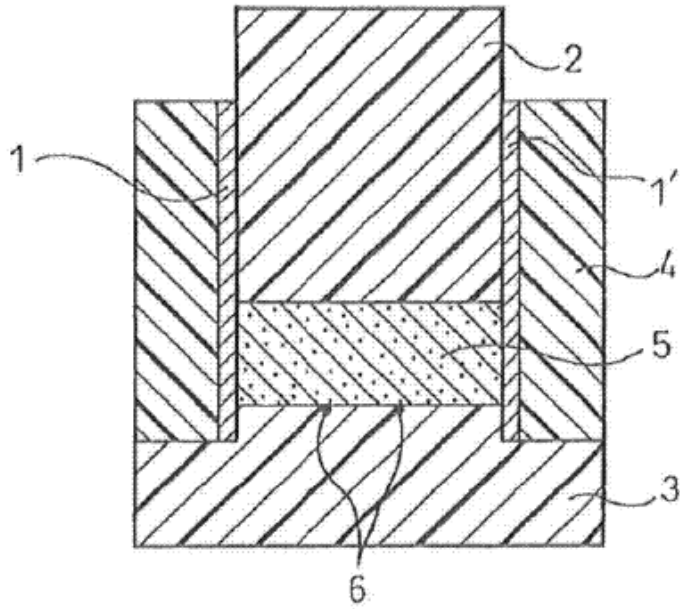


Fig.2

PRENSAR

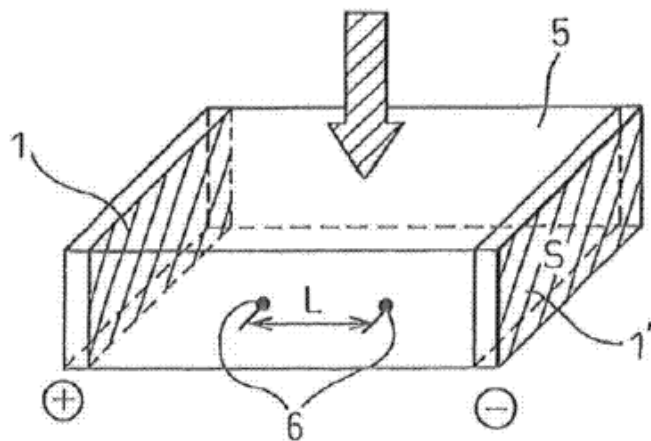


Fig.3

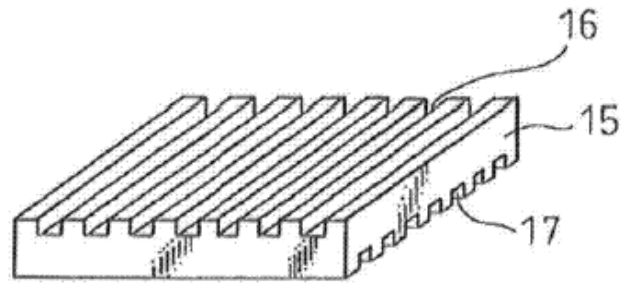


Fig.4

