



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 367 794**

51 Int. Cl.:
H05K 7/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04255789 .2**

96 Fecha de presentación : **22.09.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1530412**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **11.05.2005**

54 Título: **Procedimiento para aplicar difusores de calor a paneles de visualización de plasma.**

30 Prioridad: **14.10.2003 US 685103**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
08.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
08.11.2011

73 Titular/es:
GRAFTECH INTERNATIONAL HOLDINGS Inc.
12900 Snow Road
Parma, Ohio 44130, US

72 Inventor/es: **Norley, Julian;**
Smalc, Martin David;
Capp, Joseph Paul y
Clovesko, Timothy

74 Agente: **Ponti Sales, Adelaida**

ES 2 367 794 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).

DESCRIPCION

Procedimiento para aplicar difusores de calor a paneles de visualización de plasma.

Campo técnico

5 [0001] La presente invención se refiere a un difusor de calor que resulta útil para un panel de visualización de plasma y a un procedimiento para la aplicación del difusor de calor de la invención a un panel de visualización de plasma.

Antecedentes de la técnica

10 [0002] Un panel de visualización de plasma es un aparato de visualización que contiene una pluralidad de células de descarga y está diseñado para mostrar una imagen mediante la aplicación de un voltaje a los electrodos a través de células de descarga, haciendo así que la célula de descarga deseada emita luz. Se fabrica una unidad de panel, que constituye la parte principal del panel de visualización de plasma, mediante la unión de dos placas de base de vidrio, de manera que una pluralidad de células de descarga quedan ubicadas entre las dos placas.

15 [0003] En un panel de visualización de plasma, las células de descarga que emiten luz para la formación de imágenes generan calor, por lo que cada una constituye una fuente de calor, lo que provoca un incremento de la temperatura del panel de visualización de plasma en su conjunto. El calor generado en las células de descarga se transfiere al vidrio que forma las placas de base, pero la conducción del calor en direcciones paralelas a la cara del panel resulta difícil debido a las propiedades del material de la placa de base de vidrio.

20 [0004] Asimismo, la temperatura de una célula de descarga que ha sido activada para la emisión de luz se incrementa notablemente, mientras que la temperatura de una célula de descarga que no ha sido activada no asciende tanto. Por esta razón, la temperatura de la cara de panel del panel de visualización de plasma aumenta localmente en las áreas en las que se está generando una imagen, acelerando el deterioro térmico de las células de descarga afectadas, a menos que se tomen medidas para disipar el calor.

25 [0005] Asimismo, puesto que la diferencia de temperatura entre las células de descarga activadas y no activadas puede ser elevada, y de hecho la diferencia de temperatura entre las células de descarga que generan luz blanca y las que generan colores más oscuros también puede ser elevada, se aplica una tensión a la unidad de panel, lo que hace que los paneles de visualización de plasma convencionales tengan tendencia a sufrir grietas y roturas.

30 [0006] Cuando se incrementa el voltaje aplicado a los electrodos de las células de descarga, aumenta el brillo de las células de descarga, pero también aumenta la cantidad de calor generado en dichas células. Por lo tanto, las células que requieren grandes voltajes para su activación son más susceptibles de sufrir un deterioro térmico y suelen agravar el problema de roturas en la unidad de panel del panel de visualización de plasma.

35 [0007] Por ejemplo, en la patente US nº 5.831.374 de Morita, Ichianagi, Ikeda, Nishiki, Inoue, Komyoji y Kawashima se sugiere el uso de películas o láminas de grafito como material de interfaz térmico en los paneles de visualización de plasma. Asimismo, también se han constatado las capacidades de difusión de calor de las láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado. De hecho, Advanced Energy Technology Inc., de Lakewood, Ohio, Estados Unidos de América, comercializa estos materiales bajo la denominación de clase de materiales eGraf® 700.

40 [0008] Los grafitos se componen de planos de capas de matrices o redes hexagonales de átomos de carbono. Estos planos de capas de átomos de carbono dispuestos hexagonalmente son sustancialmente planos y están orientados u ordenados de manera sustancialmente paralela y equidistante entre sí. Las láminas o capas de átomos de carbono equidistantes, paralelas y sustancialmente planas, que normalmente se denominan capas de grafeno o planos basales, están ligadas o unidas y grupos de las mismas se configuran en cristalitos. Los grafitos altamente ordenados consisten en cristalitos de tamaño considerable, los cristalitos están altamente alineados u orientados entre sí y poseen capas de carbono bien ordenadas. En otras palabras, los grafitos altamente ordenados poseen un alto grado de orientación preferida de cristalito. Cabe destacar que los grafitos poseen estructuras anisotrópicas y, por consiguiente, exhiben o poseen muchas propiedades altamente direccionales, como por ejemplo una conductividad térmica y eléctrica.

50 [0009] Brevemente, se pueden caracterizar los grafitos como estructuras laminadas de carbono, es decir, estructuras que se componen de capas superpuestas o láminas de átomos de carbono unidas mediante fuerzas débiles de Van der Waals. A la hora de describir la estructura del grafito, normalmente se indican dos ejes o direcciones, a saber, el eje o dirección "c" y los ejes o direcciones "a". Simplificando, se puede considerar el eje o dirección "c" como la dirección perpendicular a las capas de carbono. Se pueden considerar los ejes o direcciones "a" como las direcciones paralelas a las capas de carbono o las direcciones perpendiculares a la dirección "c". Los grafitos apropiados para la fabricación de láminas de grafito flexible poseen un grado muy alto de orientación.

[0010] Como se ha indicado anteriormente, las fuerzas de unión que mantienen juntas a las capas paralelas de átomos de carbono son únicamente fuerzas débiles de Van der Waals. Se pueden tratar los grafitos naturales de tal manera que sea posible ampliar de forma apreciable el espaciado entre las capas o láminas de carbono superpuestas para proporcionar una marcada expansión en la dirección perpendicular a las capas, es decir, en la dirección "c", formando así una estructura de grafito expandida o intumescida que retiene sustancialmente el carácter laminar de las capas de carbono.

[0011] Una escama de grafito que se ha expandido en gran medida y, más en concreto, que se ha expandido hasta alcanzar un grosor final o una dimensión de dirección "c" que es hasta 80 o más veces la dimensión de dirección "c" original, puede formarse sin el uso de un aglutinante en láminas cohesivas o integradas de grafito expandido, por ejemplo tejidos, papeles, tiras, cintas, láminas, esteras o similares (denominadas comúnmente "grafito flexible"). Se estima que es posible, a partir de partículas de grafito que han sido expandidas hasta alcanzar un grosor final o dimensión de dirección "c" de hasta 80 veces o más la dimensión de dirección "c" original, formar láminas flexibles integradas por compresión, sin necesidad de utilizar ningún material aglutinante, gracias al acoplamiento o cohesión mecánicos que se consiguen entre las partículas de grafito expandidas en volumen.

[0012] También se ha constatado que, además de flexibilidad, el material de láminas, como se ha indicado anteriormente, también posee un alto grado de anisotropía con respecto a la conductividad térmica, debido a la orientación de las partículas de grafito expandidas y de las capas de grafito expandidas sustancialmente paralelas a las caras opuestas de la lámina que son el resultado de una compresión elevada, por lo que resulta especialmente útil en las aplicaciones de difusión de calor. El material de lámina que se produce de esta manera posee una flexibilidad excelente, una buena resistencia y un elevado grado de orientación.

[0013] En resumen, el proceso de producir material de lámina de grafito anisotrópico sin aglutinante y flexible (por ejemplo, tejidos, papel, tiras, cintas, láminas, esteras o similares) comprende la compresión o compactación, bajo una carga predeterminada y en ausencia de un aglutinante, de las partículas de grafito expandidas que poseen una dimensión de dirección "c" equivalente a 80 o más veces la de las partículas originales, con el fin de formar una lámina de grafito sustancialmente plana, flexible e integrada. Las partículas de grafito expandidas generalmente son de apariencia vermiforme o en forma de gusanos, y una vez comprimidas mantienen las propiedades de compresión y la alineación con las superficies principales opuestas de la lámina. Se puede variar la densidad y el grosor del material de lámina mediante el control del grado de compresión. La densidad del material de lámina puede encontrarse dentro del rango comprendido entre aproximadamente 0,04 g/cm³ y aproximadamente 2,0 g/cm³.

[0014] El material de lámina de grafito flexible exhibe un grado apreciable de anisotropía debido al alineamiento de partículas de grafito paralelamente a las superficies principales paralelas y opuestas de la lámina, y el grado de anisotropía aumenta cuando se comprime el material de lámina con el fin de incrementar la orientación. En el material de lámina anisotrópico comprimido, la dirección "c" comprende el grosor, es decir, la dirección perpendicular a las superficies de láminas paralelas y opuestas, y las direcciones "a" comprenden las direcciones a lo largo de la longitud y el ancho, es decir, a lo largo o paralelas a las superficies principales opuestas. Las propiedades térmicas y eléctricas de la lámina son muy diferentes, por varios órdenes de magnitud, para las direcciones "c" y "a".

[0015] Un inconveniente del uso de láminas de grafito como difusores de calor para paneles de visualización de plasma está relacionado con el proceso de fabricación de los paneles de visualización de plasma. Más específicamente, los paneles de visualización de plasma se fabrican en volúmenes muy elevados, y el proceso para la aplicación de un difusor de calor de grafito a los paneles de visualización de plasma debe ser tal que no se cree un cuello de botella en el proceso de fabricación. Asimismo, se requiere un medio para adherir el difusor de grafito al panel con el fin de evitar que el difusor de grafito se desprenda durante el proceso de fabricación y garantizar un contacto térmico satisfactorio entre el difusor de grafito y el panel de visualización de plasma, sin necesidad de aplicar el difusor a una presión elevada; sin embargo, el procedimiento de fijación no debe tener un impacto perjudicial significativo en el rendimiento térmico del difusor de calor.

[0016] Un procedimiento para unir un difusor de calor de grafito a un panel de visualización de plasma consiste en el uso de un adhesivo aplicado al grafito. En la patente US nº 6.245.400 otorgada a Tzeng, Getz y Weber se describe un procedimiento para producir un artículo de lámina de grafito flexible, adhesivo, sensible a la presión y con soporte de desprendimiento, en el que el soporte de desprendimiento se puede separar fácilmente de la lámina de grafito sin provocar la delaminación del grafito. La lámina de grafito posee una resistencia de cohesión relativamente baja y la extracción del soporte de desprendimiento sin provocar la delaminación del grafito constituye un desafío importante. Un componente clave de la patente otorgada a Tzeng *et al.* consiste en el uso de un revestimiento de imprimación que se aplica a la lámina de grafito antes de aplicar el adhesivo sensible a la presión. Este enfoque tiene el inconveniente de que se necesita una fase de revestimiento adicional, lo que aumenta la complejidad y el coste de fabricación.

[0017] Por consiguiente, se requiere un procedimiento para la fabricación de una lámina de grafito flexible, adhesiva, sensible a la presión y dotada de soporte de desprendimiento, sin necesidad de usar un revestimiento de

imprimación, para su uso como un difusor de calor para paneles de visualización de plasma. Asimismo, este procedimiento debería permitir la obtención de una velocidad muy alta de desprendimiento de dicho soporte de desprendimiento de la lámina de grafito revestida de adhesivo, sin causar la delaminación del grafito, y a la vez sin crear una reducción excesivamente elevada de las propiedades térmicas del difusor de calor de grafito.

5 Descripción de la invención

[0018] Por consiguiente, un objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la aplicación de difusores de calor a paneles de visualización de plasma en un proceso de fabricación de alto volumen.

[0019] Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material difusor de calor que se pueda utilizar en un proceso de fabricación de alto volumen de paneles de visualización de plasma.

10 **[0020]** Otro objetivo adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la aplicación de un material difusor de calor a una fuente de calor, como por ejemplo un panel de visualización de plasma, en un proceso de fabricación de volumen elevado de paneles de visualización de plasma en el que la aplicación del difusor de calor no cree un cuello de botella en el proceso de fabricación.

15 **[0021]** Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material difusor de calor que pueda aplicarse a una fuente de calor o a un conjunto de fuentes de calor, como por ejemplo un panel de visualización de plasma, y adherirse con un contacto térmico satisfactorio entre el difusor de calor y el panel de visualización de plasma sin necesidad de aplicar el difusor a una presión elevada para conseguir el contacto térmico deseado.

20 **[0022]** Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un material difusor de calor que pueda aplicarse a una fuente de calor o a un conjunto de fuentes de calor, como por ejemplo un panel de visualización de plasma, y adherirse a la fuente sin desprenderse durante el proceso de montaje.

[0023] Otro objetivo adicional de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la aplicación de un difusor de calor a una fuente de calor o a un conjunto de fuentes de calor, como por ejemplo un panel de visualización de plasma, que no afecte significativamente el rendimiento térmico del difusor de calor.

25 **[0024]** Se podrán alcanzar estos objetivos, y otros que resultarán evidentes a los expertos en este campo al leer la descripción que se presenta a continuación, mediante el suministro de un procedimiento que proporcione una difusión de calor a un panel de visualización de plasma que comprende células de descarga. Este procedimiento comprende: (a) el suministro de un difusor de calor sustancialmente plano que incluye principalmente una o varias láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado con un adhesivo sobre las mismas; (b) el suministro de un material de desprendimiento ubicado de tal manera que el adhesivo queda posicionado entre una o varias láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado y el material de desprendimiento; (c) la extracción del material de desprendimiento; y (d) la aplicación del difusor de calor a un panel de visualización de plasma, de manera que el difusor de calor recubre una pluralidad de células de descarga y el adhesivo adhiere el difusor de calor al panel de visualización de plasma de forma adecuada para mantener el difusor de calor en su sitio, con independencia de la orientación del panel de visualización de plasma.

35 **[0025]** El material de desprendimiento y el adhesivo deberán ser seleccionados para permitir una velocidad predeterminada de desprendimiento del material de desprendimiento sin causar un daño no deseado al material difusor de calor. Asimismo, el adhesivo y el material de desprendimiento también deberían proporcionar un promedio de carga de desprendimiento no superior a aproximadamente 40 gramos por centímetro (g/cm) a una velocidad de desprendimiento de aproximadamente 1 metro por segundo (m/s). De hecho, el promedio de carga de desprendimiento no debería ser superior a unos 20 g/cm, y preferentemente no debería ser superior a unos 10 g/cm, a una velocidad de desprendimiento de aproximadamente 1 m/s.

[0026] Adicionalmente, el adhesivo debería conseguir preferentemente una resistencia mínima al cizallamiento del solapado de al menos aproximadamente 125 g/cm², y más preferentemente una resistencia media mínima al cizallamiento del solapado de al menos aproximadamente 700 g/cm².

45 **[0027]** Con el fin de evitar pérdidas de calor demasiado elevadas, el adhesivo debería producir un incremento de la resistencia térmica a través del grosor de la combinación del material adhesivo/material difusor de calor no superior a aproximadamente un 100%, y preferiblemente no superior a aproximadamente un 35%, en comparación con el propio material difusor de calor. Para satisfacer los requisitos de velocidad de desprendimiento del soporte de desprendimiento, fuerza de adhesión y resistencia térmica, el grosor del adhesivo no debería ser superior a aproximadamente 0,5 mm, y preferentemente no superior a aproximadamente entre 0,1 y 0,25 mm.

50 **[0028]** De forma ventajosa, el material de difusor de calor comprende grafito, especialmente al menos una lámina de partículas comprimidas de grafito expandido, que se puede proporcionar como un laminado que comprende una pluralidad de láminas de partículas comprimidas de grafito expandido.

[0029] Otros objetivos, características y ventajas adicionales de la presente invención resultarán evidentes para los expertos en este campo al leer la divulgación que se presenta a continuación, conjuntamente con los dibujos que la acompañan.

Breve descripción de los dibujos

5 [0030] La Figura 1 es un diagrama del ensayo de desprendimiento a alta velocidad del Ejemplo 1.

[0031] La Figura 2 es un diagrama del ensayo de desprendimiento a alta velocidad del Ejemplo 1, mostrado durante el ensayo.

Descripción detallada de la realización preferida

10 [0032] El grafito es una forma cristalina del carbono que comprende átomos que forman enlaces covalentes en planos de capas planas con enlaces más débiles entre los planos. Al obtener materiales básicos, como por ejemplo las láminas flexibles de grafito mencionadas anteriormente, típicamente se tratan partículas de grafito, por ejemplo escamas de grafito natural, con un agente de intercalación de, por ejemplo, una solución de ácido sulfúrico y nítrico, de forma que la estructura de cristal del grafito reacciona para formar un compuesto del grafito y del agente de intercalación. Las partículas tratadas de grafito se denominarán en lo sucesivo "partículas de grafito intercalado". Al exponerse a altas temperaturas, el agente de intercalación dentro del grafito se descompone y volatiliza, haciendo que las partículas de grafito intercalado aumenten sus dimensiones aproximadamente 80 o más veces su volumen original, como si se tratara de un acordeón, en la dirección "c", es decir, en la dirección perpendicular a los planos cristalinos del grafito. Las partículas de grafito expandido (que también se denomina exfoliado) son de apariencia vermiforme, y por tanto se las conoce comúnmente por el nombre de gusanos. Estos gusanos pueden estar comprimidos conjuntamente en láminas flexibles a las que, a diferencia de las escamas de grafito originales, se puede dar forma y cortar para que adopten diferentes figuras y a las que se puede dotar de pequeñas aberturas transversales mediante un impacto mecánico de deformación.

25 [0033] Los materiales de partida de grafito para las láminas flexibles apropiados para su uso en la presente invención incluyen materiales carbonáceos altamente gráficos capaces de intercalar ácidos orgánicos e inorgánicos, además de halógenos, y que después se expanden al ser expuestos al calor. Estos materiales carbonáceos altamente gráficos preferentemente poseen un grado de grafitación de aproximadamente 1,0. Tal y como se utiliza en esta divulgación, el término "grado de grafitación" se refiere al valor "g", de acuerdo con la fórmula:

$$g = \frac{3,45 - d(002)}{0,095}$$

30 0,095

35 en la que d(002) representa el espacio entre las capas gráficas de los carbonos en la estructura de cristal medido en unidades ángstrom. El espacio "d" entre las capas de grafito se mide mediante técnicas de difracción estándar de rayos X. Se miden las posiciones de los picos de difracción correspondientes a los índices de Miller (002), (004) y (006), y se utilizan técnicas estándar de mínimos cuadrados para derivar espacios que reduzcan al mínimo el error total para todos estos picos. Entre los ejemplos de materiales carbonáceos altamente gráficos figuran grafitos naturales de diferentes fuentes, así como otros materiales carbonáceos, como por ejemplo el grafito preparado por deposición química en fase vapor, la pirólisis de polímeros de alta temperatura o la cristalización de soluciones de metal fundido y productos similares. El grafito natural es el que más se prefiere.

40 [0034] Los materiales de partida de grafito para las láminas flexibles utilizados en la presente invención pueden contener componentes que no son de grafito, siempre y cuando la estructura de cristal de los materiales de partida mantenga el grado necesario de grafitación y éstos puedan ser exfoliados. En general, cualquier material que contenga carbono, y cuya estructura de cristal posea el grado necesario de grafitación y pueda ser exfoliado, resulta apropiado para su uso con la presente invención. Este grafito posee preferentemente un contenido de cenizas inferior a un 20% por peso. Se prefiere aún más que el grafito utilizado en la presente invención posea una pureza de al menos aproximadamente 94%. En la realización más preferida, el grafito utilizado tendrá una pureza de al menos aproximadamente 98%.

50 [0035] Shane *et al.*, en la patente US nº 3.404.061, describen un procedimiento común para la fabricación de láminas de grafito. En la práctica típica del procedimiento de Shane *et al.* se intercalan las escamas de grafito natural mediante la dispersión de las escamas en una solución que contiene, por ejemplo, una mezcla de ácido nítrico y sulfúrico, ventajosamente a un nivel de aproximadamente 20 a aproximadamente 300 partes por peso de solución de intercalación por 100 partes por peso de escamas de grafito (partes por cien). La solución de intercalación contiene

agentes oxidantes y otros agentes de intercalación conocidos en el estado de la técnica. Entre los ejemplos figuran aquellos que contienen agentes oxidantes y mezclas oxidantes, como por ejemplo soluciones que contienen ácido nítrico, clorato de potasio, ácido crómico, permanganato de potasio, cromato de potasio, dicromato de potasio, ácido perclórico y similares o mezclas, como por ejemplo ácido nítrico y clorato concentrados, ácido crómico y ácido fosfórico, ácido sulfúrico y ácido nítrico, o mezclas de un ácido orgánico fuerte (por ejemplo, ácido trifluoroacético) y un agente oxidante fuerte soluble en el ácido orgánico. Alternativamente, se puede utilizar un potencial eléctrico para producir la oxidación del grafito. Entre las especies químicas que se pueden introducir en el cristal de grafito utilizando oxidación electrolítica figuran el ácido sulfúrico y otros ácidos.

[0036] En una realización preferida, el agente de intercalación es una solución de una mezcla de ácido sulfúrico, o ácido sulfúrico y ácido fosfórico, y un agente oxidante, a saber, ácido nítrico, ácido perclórico, ácido crómico, permanganato potásico, peróxido de hidrógeno, ácidos yódico o periódicos y similares. Aunque no se prefiere tanto, la solución de intercalación puede contener haluros de metal, como por ejemplo cloruro férrico y cloruro férrico mezclado con ácido sulfúrico, o un haluro, como por ejemplo bromo como una solución de bromo y ácido sulfúrico o bromo en un solvente orgánico.

[0037] La cantidad de la solución de intercalación puede oscilar entre aproximadamente 20 y aproximadamente 350 partes por cien, y más típicamente entre aproximadamente 40 y aproximadamente 160 partes por cien. Después de que se intercalan las escamas, se drena el exceso de solución de las escamas y se lavan las mismas con agua.

[0038] Alternativamente, la cantidad de la solución de intercalación puede estar limitada a entre aproximadamente 10 y aproximadamente 40 partes por cien, lo que permite eliminar la fase de lavado, tal y como se divulga y describe en la patente US nº 4.895.713.

[0039] Las partículas de escama de grafito tratadas con solución de intercalación pueden ser contactadas opcionalmente, por ejemplo al mezclar, con un agente orgánico reductor seleccionado de entre alcoholes, azúcares, aldehídos y ésteres que son reactivos con la película de superficie de la solución oxidante de intercalación a temperaturas dentro del rango comprendido entre 25 °C y 125 °C. Entre los agentes orgánicos específicos apropiados figuran el hexadecanol, el octadecanol, el 1-octanol, el 2-octanol, el alcohol decílico, el 1,10 decanodiol, el aldehído decílico, el 1-propanol, el 1,3 propanodiol, el etilenglicol, el polipropilenglicol, la dextrosa, la fructosa, la lactosa, la sacarosa, la fécula de patata, el monoestearato de etilenglicol, el dibenzoato de dietilenoglicol, el monoestearato de propilenglicol, el monoestearato de glicerol, el oxilato de dimetil, el oxilato de dietil, el formiato metílico, el formiato de etilo, el ácido ascórbico y los compuestos derivados de lignina, como por ejemplo el lignosulfato de sodio. De manera apropiada, la cantidad de agente reductor orgánico es aproximadamente de entre un 0,5% y un 4% por peso de las partículas de escama de grafito.

[0040] El uso de un coadyuvante de expansión que se aplica antes, durante o inmediatamente después de la intercalación también puede proporcionar mejoras. Entre estas mejoras pueden figurar la reducción de la temperatura de exfoliación y el incremento del volumen expandido (también denominado "volumen de gusano"). Un coadyuvante de expansión en este contexto será, de manera ventajosa, un material orgánico suficientemente soluble en la solución de intercalación para conseguir una mejora en la expansión. De manera más precisa, se pueden utilizar los materiales orgánicos de este tipo que contienen carbono, hidrógeno y oxígeno, preferentemente de forma exclusiva. Se ha constatado que los ácidos carboxílicos son especialmente eficaces. Se puede seleccionar un ácido carboxílico apropiado que resulta útil como coadyuvante de expansión entre los ácidos monocarboxílicos, ácidos dicarboxílicos y ácidos policarboxílicos aromáticos, alifáticos o cicloalifáticos, de cadena recta o cadena ramificada, saturados y no saturados y que posean al menos 1 átomo de carbono, y preferiblemente hasta aproximadamente 15 átomos de carbono, que sea soluble en la solución de intercalación en cantidades eficaces para proporcionar una mejora mensurable de uno o más aspectos de la exfoliación. También se pueden utilizar solventes orgánicos apropiados para mejorar la solubilidad de un coadyuvante de expansión orgánico en la solución de intercalación.

[0041] Entre los ejemplos representativos de ácidos carboxílicos alifáticos saturados figuran ácidos como los de la fórmula $H(CH_2)_nCOOH$, en la que "n" es un número comprendido entre 0 y aproximadamente 5, incluidos los ácidos fórmico, acético, propiónico, butírico, pentanoico, hexanoico y similares. También se pueden utilizar, en lugar de ácidos carboxílicos, los ácidos anhídridos o derivados de ácido carboxílico reactivo, como por ejemplo los ésteres de alquilo. El formiato metílico y el formiato de etilo son representantes de ésteres de alquilo. El ácido sulfúrico, el ácido nítrico y otros agentes de intercalación acuosos conocidos poseen la capacidad de descomponer el ácido fórmico, en última instancia a agua y dióxido de carbono. Por esta razón, se ponen en contacto el ácido fórmico y otros coadyuvantes de expansión sensibles de forma ventajosa con la escama de grafito antes de la inmersión de la escama en el agente de intercalación acuoso. Los ácidos dicarboxílicos alifáticos con 2-12 átomos de carbono, en particular el ácido oxálico, el ácido fumárico, el ácido malónico, el ácido maleico, el ácido succínico, el ácido glutárico, el ácido adípico, el ácido 1,5 pentanodicarboxílico, el ácido 1,6 hexanodicarboxílico, el ácido 1,10 decanodicarboxílico, el ácido ciclohexano 1,4 dicarboxílico y los ácidos dicarboxílicos aromáticos como el ácido ftálico o el ácido tereftálico son representantes de ácidos dicarboxílicos. El oxilato de dimetil y el oxilato de dietil son representantes de los ésteres

alquilos. El ácido ciclohexano carboxílico es representante de ácidos cicloalifáticos y el ácido benzoico, el ácido naftoico, el ácido antranílico, el ácido p-aminobenzoico, el ácido salicílico, los ácidos o-, m- y p-tolilos, los ácidos metoxi y etoxibenzoicos, los ácidos acetoacetamidobenzoicos y los ácidos acetamidobenzoicos, el ácido fenilacético y los ácidos naftoicos son representantes de los ácidos carboxílicos aromáticos. El ácido hidrozibenzoico, el ácido 3-hidroxi-1-naftoico, el ácido 3-hidroxi-2-naftoico, el ácido 4-hidroxi-2-naftoico, el ácido 5-hidroxi-1-naftoico, el ácido 5-hidroxi-2-naftoico, el ácido 6-hidroxi-2-naftoico y el ácido 7-hidroxi-2-naftoico son representantes de los ácidos aromáticos hidroxi. Entre los ácidos policarboxílicos destaca el ácido cítrico.

[0042] La solución de intercalación será acuosa y preferentemente contendrá una cantidad de coadyuvante de expansión comprendida entre aproximadamente un 1% y un 10%, la cantidad que resulta efectiva para mejorar el proceso de exfoliación. En la realización en la que el coadyuvante de expansión entra en contacto con la escama de grafito antes o después de la inmersión en la solución de intercalación acuosa, se puede mezclar el coadyuvante de expansión con el grafito utilizando medios apropiados, como por ejemplo una mezcladora tipo "V", normalmente en una cantidad comprendida entre aproximadamente 0,2% y aproximadamente 10% por peso de la escama de grafito.

[0043] Después de intercalar la escama de grafito, y tras la mezcla de la escama de grafito intercalada con el agente reductor orgánico, se expone la mezcla a temperaturas dentro del rango comprendido entre 25 °C y 125 °C para promover la reacción del agente reductor y la escama de grafito intercalada. El periodo de calentamiento tiene una duración de hasta unas 20 horas, con periodos de calentamiento más cortos, por ejemplo de al menos unos 10 minutos, para temperaturas más altas dentro del rango mencionado anteriormente. Se pueden utilizar periodos de media hora o menos, por ejemplo, dentro del rango comprendido entre 10 y 25 minutos, a las temperaturas más altas.

[0044] Los procedimientos descritos anteriormente para la intercalación y exfoliación de las escamas de grafito pueden ser aumentados de forma beneficiosa mediante un tratamiento previo de la escama de grafito a temperaturas de grafitación, es decir, a temperaturas dentro del rango comprendido entre aproximadamente 3000 °C y temperaturas superiores, y mediante la inclusión en el agente de intercalación de un aditivo de lubricación.

[0045] El tratamiento previo, o recocido, de la escama de grafito tiene como resultado una expansión incrementada significativamente (es decir, un incremento en el volumen de expansión de hasta un 300% o superior) cuando se somete la escama posteriormente a una intercalación y exfoliación. De hecho, es preferible que el incremento en expansión sea de al menos aproximadamente un 50%, comparado con un proceso similar que no cuenta con la fase de recocido. Las temperaturas utilizadas para la fase de recocido no deberían encontrarse significativamente por debajo de los 3.000 °C, ya que las temperaturas que sean incluso solamente 100 °C más bajas producen una expansión sustancialmente reducida.

[0046] El recocido de la presente invención se realiza durante un periodo de tiempo suficiente para que tenga como resultado una escama con un grado mejorado de expansión cuando se produce la intercalación y exfoliación posterior. Normalmente, el tiempo requerido será de 1 hora o más, preferiblemente de 1 a 3 horas, y procederá de forma ventajosa en un entorno inerte. Para obtener máximos beneficios, la escama de grafito recocida también se someterá a otros procesos conocidos en este campo con el fin de mejorar la expansión de grado, es decir, la intercalación en presencia de un agente reductor orgánico, un coadyuvante de intercalación como por ejemplo un ácido orgánico, y un lavado surfactante que tiene lugar después de la intercalación. Asimismo, para obtener máximos beneficios puede repetirse la fase de intercalación.

[0047] Es posible realizar la fase de recocido de la presente invención en un horno de inducción o en otro aparato que sea conocido y apreciado en el campo de la grafitación; las temperaturas que se utilizan aquí, que se encuentran en el rango de los 3.000 °C, se encuentran en el extremo superior del rango que se produce en los procesos de grafitación.

[0048] Se ha observado que los gusanos producidos usando el grafito sometido al recocido de preintercalación en ocasiones pueden aglutinarse, lo que puede tener un impacto negativo en la uniformidad de peso del área, por lo que resulta muy recomendable un aditivo que contribuya a la formación de gusanos de "flujo libre". El añadido de un aditivo de lubricación a la solución de intercalación facilita la distribución más uniforme de los gusanos a través del lecho de un aparato de compresión, como por ejemplo el lecho de una estación de calandrado que se utiliza tradicionalmente para comprimir (o "calandrar") los gusanos de grafito en láminas de grafito flexible. Las láminas resultantes poseen, por consiguiente, una mayor uniformidad de peso de área y una mayor resistencia a la tracción, aun cuando las partículas de grafito de partida son más pequeñas que las que se usan convencionalmente. El aditivo de lubricación es preferentemente un hidrocarburo de cadena larga. También se pueden utilizar otros compuestos orgánicos con grupos de hidrocarburos de cadena larga, incluso si otros grupos funcionales se encuentran presentes.

[0049] Se prefiere que el aditivo de lubricación sea un aceite, resultando idóneo un aceite mineral, especialmente si se tiene en cuenta el hecho de que los aceites minerales poseen una tendencia menor al enranciamiento y a generar olores, lo que puede ser un factor importante de cara a un almacenamiento a largo plazo. Cabe destacar que algunos de los coadyuvantes de expansión mencionados anteriormente también satisfacen la

definición de un aditivo de lubricación. Cuando se utilizan estos materiales como coadyuvantes de expansión, puede que no sea necesario incluir un aditivo de lubricación independiente en el agente de intercalación.

[0050] El aditivo de lubricación se encuentra presente en el agente de intercalación en una cantidad de al menos aproximadamente 1,4 partes por cien, prefiriéndose al menos aproximadamente 1,8 partes por cien. Aunque el límite superior de la inclusión del aditivo de lubricación no resulta tan crítico como el límite inferior, no parece existir ninguna ventaja adicional significativa en la inclusión del aditivo de lubricación a un nivel mayor que aproximadamente 4 partes por cien.

[0051] Las partículas de grafito tratadas de esta manera a veces se denominan “partículas de grafito intercalado”. Al exponerse a temperaturas elevadas, por ejemplo a temperaturas de al menos aproximadamente 160 °C y especialmente de aproximadamente 700 °C a 1.000 °C y superiores, las partículas de grafito intercalado se expanden entre aproximadamente 80 y 1.000 o más veces con respecto a su volumen original, de manera similar a un acordeón, en la dirección “c”, es decir, en la dirección perpendicular a los planos cristalinos de las partículas constituyentes de grafito. Las partículas expandidas (es decir, exfoliadas) de grafito son de apariencia vermiforme y, por consiguiente, se conocen comúnmente por el nombre de “gusanos”. Los gusanos pueden estar comprimidos conjuntamente en láminas flexibles con pequeñas aberturas transversales a las que, a diferencia de las escamas de grafito originales, se les puede dar forma y cortar para adoptar diferentes figuras, como se describe más adelante.

[0052] Alternativamente, las láminas de grafito flexible de la presente invención pueden utilizar partículas de láminas de grafito flexible re trituradas, en lugar de los gusanos expandidos recientemente. Las láminas pueden ser un material de lámina recién formado, un material de lámina reciclado, un material de lámina de desecho o proceder de cualquier otra fuente apropiada.

[0053] Asimismo, los procesos de la presente invención pueden utilizar una mezcla de materiales vírgenes y materiales reciclados.

[0054] El material de partida para los materiales reciclados puede ser láminas o partes recortadas de láminas que han sido moldeadas a compresión, como se ha descrito anteriormente, o láminas que han sido comprimidas con, por ejemplo, rodillos de precalandrado, pero que todavía no han sido impregnadas de resina. Asimismo, el material de partida puede ser láminas o partes recortadas de láminas que se han impregnado de resina, pero que aún no se han curado, o láminas o partes recortadas de láminas que han sido impregnadas de resina y curadas. El material de partida también puede consistir en componentes de celda de combustible de membrana de electrolito de polímero (MEP) de grafito flexible reciclado, como por ejemplo placas de campo de flujo o electrodos. Se puede utilizar cada una de las diferentes fuentes de grafito tal como es o se puede mezclar con escamas de grafito natural.

[0055] Una vez que está disponible el material de partida de las láminas de grafito flexible, se puede triturar mediante procesos o dispositivos conocidos –como por ejemplo un molino de chorro, un molino de aire, una mezcladora, etc.– para producir partículas. Preferentemente, una mayoría de las partículas poseen un diámetro suficiente para atravesar una malla 20; se prefiere que una parte considerable (superior a aproximadamente el 20%, y se prefiere aún más que sea superior a aproximadamente el 50%) no pueda atravesar un tamaño de una malla 80. Más preferiblemente, las partículas tienen un tamaño de partícula no superior a aproximadamente una malla 20. Puede ser deseable enfriar la lámina de grafito flexible cuando está impregnada de resina según está siendo triturada para evitar daños por calor al sistema de resina durante el proceso de triturado.

[0056] Se puede elegir el tamaño de las partículas trituradas para equilibrar la maquinabilidad y formabilidad del artículo de grafito con las características térmicas deseadas. Por consiguiente, las partículas más pequeñas tendrán como resultado un artículo de grafito que resulta más fácil de maquinar y/o formar, mientras que las partículas más grandes tendrán como resultado un artículo de grafito que posee una anisotropía mayor y, consiguientemente, una mayor conductividad térmica y eléctrica en el plano.

[0057] Si el material de partida ha sido impregnado de resina, es preferible eliminar la resina de las partículas. Más adelante se proporcionan detalles sobre este proceso de eliminación de resina.

[0058] Una vez que se ha triturado el material de partida y se ha eliminado la resina que pudiera haber, se procede a continuación a su reexpansión. Esta reexpansión puede producirse usando el proceso de intercalación y exfoliación descrito anteriormente, así como los descritos en la patente US nº 3.404.061 de Shane *et al.* y en la patente US nº 4.895.713 de Greinke *et al.*

[0059] Normalmente, tras la intercalación las partículas se exfolian mediante el calentamiento de las partículas intercaladas en un horno. Durante esta fase de exfoliación, las escamas de grafito naturales intercaladas pueden añadirse a las partículas intercaladas recicladas. Preferentemente, durante la fase de reexpansión las partículas se expanden hasta alcanzar un volumen específico dentro de un rango comprendido entre al menos unos 100 cm³/g y hasta unos 350 cm³/g o más. Por último, después de la fase de reexpansión, las partículas reexpandidas pueden comprimirse en láminas flexibles, como se describe más adelante.

[0060] Si el material de partida se ha impregnado con una resina, la resina debería ser preferiblemente eliminada, al menos parcialmente, de las partículas. Esta fase de eliminación debería producirse entre la fase de trituración y la fase de reexpansión.

5 **[0061]** En una realización, la fase de eliminación incluye el calentamiento de la resina que contiene partículas de trituración, como por ejemplo sobre una llama directa. Más concretamente, la resina impregnada puede calentarse a una temperatura de al menos aproximadamente 250° C para efectuar la eliminación de resina. Durante esta fase de calentamiento, se deberá tener cuidado para evitar la evaporación de los productos de descomposición de resina; ello se puede realizar mediante el calentamiento cuidadoso en el aire o mediante el calentamiento en una atmósfera inerte. Preferentemente, el calentamiento debería realizarse dentro de un rango comprendido entre aproximadamente 400 °C y 10 aproximadamente 800 °C durante un periodo comprendido entre al menos unos 10 minutos y hasta unos 150 minutos o más.

15 **[0062]** Adicionalmente, la fase de eliminación de resina puede tener como resultado una resistencia a la tracción incrementada del artículo resultante producido a partir del proceso de moldeado, comparado con un procedimiento similar en el que la resina no se ha eliminado. La fase de eliminación de resina también puede ser ventajosa debido a que durante la fase de expansión (es decir, la intercalación y la exfoliación), cuando la resina se mezcla con los productos químicos de intercalación, puede generar productos derivados tóxicos en determinados casos.

20 **[0063]** Por consiguiente, al eliminar la resina antes de la fase de expansión, se obtiene un producto superior, con mejoras tales como las características de robustez aumentada que se han mencionado anteriormente. Las características de aumento de robustez constituyen el resultado parcial del aumento de expansión. Si las partículas conservan la resina, la expansión puede verse reducida.

[0064] La resina puede eliminarse antes de la intercalación, no sólo por motivos de características de robustez y cuestiones medioambientales, sino también por la posibilidad de que la resina pueda generar una reacción exotérmica inestable con el ácido.

25 **[0065]** En vista de lo anterior, es preferible eliminar la mayor parte de la resina. Se prefiere aún más eliminar una cantidad superior a aproximadamente el 75% de la resina. Idóneamente, se eliminará una cantidad superior al 99% de la resina.

30 **[0066]** En la realización preferida, una vez que se ha triturado la lámina de grafito flexible, se le da la forma deseada (es decir, una lámina) y después se la somete a un proceso de curación (cuando está impregnada con resina). Alternativamente, se puede curar la lámina con anterioridad a su trituración, aunque se prefiere el curado posterior a la trituración.

35 **[0067]** Las láminas y hojas de grafito flexible son coherentes, con una buena fuerza de manipulación, y están adecuadamente comprimidas, por ejemplo mediante un moldeado por compresión, con un grosor de aproximadamente 0,025 mm a 3,75 mm y una densidad típica de aproximadamente 0,1 a 1,5 gramos por centímetro cúbico (g/cm³). Se pueden mezclar aproximadamente entre 1,5% y 30% por peso de aditivos cerámicos con las escamas de grafito intercalado, tal y como se describe en la patente US nº 5.902.762, para proporcionar una impregnación mejorada de resina en el producto final de grafito flexible. Entre los aditivos figuran partículas de fibra cerámica que poseen una longitud aproximada de entre 0,15 mm y 1,5 mm. El ancho de las partículas debe oscilar entre aproximadamente 0,04 mm y 0,004 mm. Las partículas de fibra cerámica no son reactivas ni adherentes al grafito y son estables a 40 temperaturas de hasta aproximadamente 1.100 °C, y preferentemente hasta aproximadamente 1.400 °C o temperaturas superiores. Las partículas adecuadas de fibra cerámica están compuestas de fibras de vidrio de sílice maceradas, fibras de grafito y carbono, fibras de zircona, nitruro de boro, carburo de silicio y magnesita, fibras minerales naturales como fibras de metasilicato de calcio, fibras de silicato de aluminio y calcio, fibras de óxido de aluminio y similares.

45 **[0068]** La lámina de grafito flexible también puede a veces ser tratada ventajosamente con resina, y la resina absorbida, después de su curado, mejora la resistencia a la humedad y la resistencia a la manipulación (es decir, la rigidez) de la lámina de grafito flexible, además de "fijar" la morfología de la lámina. Un contenido de resina apropiado es preferentemente al menos aproximadamente un 5% por peso, se prefiere aún más que sea aproximadamente un 10-35% por peso, y resulta apropiado que sea hasta aproximadamente un 60% por peso. Las resinas que resultan especialmente útiles en la realización de la presente invención incluyen los sistemas de resina basados en acrílico y en resinas epoxi y fenólicas, o en mezclas de las mismas. Entre los sistemas de resina epoxi apropiados figuran los basados en éter diglicidílico o bisfenol A (DGEBA) y otros sistemas de resina multifuncionales; las resinas fenólicas que se pueden utilizar incluyen las de resol y novolac.

55 **[0069]** Aunque esta solicitud ha sido redactada en términos de la aplicación de difusores de calor a paneles de visualización de plasma, se reconocerá que el procedimiento de la invención y el difusor de calor son igualmente aplicables a otras fuentes de calor o conjuntos de fuentes de calor, especialmente aquellas que son fabricadas en procesos de alto volumen.

[0070] En la actualidad se están produciendo paneles de visualización de plasma en tamaños de un metro y superiores (medidos desde una esquina hasta la otra). Por consiguiente, también es necesario que los difusores de calor utilizados para enfriar y reducir los efectos de los puntos calientes en dichos paneles sean relativamente grandes, del orden de aproximadamente 270 mm por aproximadamente 500 mm, o del tamaño de aproximadamente 800 mm por 500 mm, o incluso mayores. En un panel de visualización de plasma, como se ha mencionado anteriormente, se encuentran presentes cientos de miles de células que contienen cada una un gas de plasma. Cuando se aplica un voltaje a cada célula, el gas de plasma reacciona con los fósforos en cada célula para producir luz coloreada. Puesto que se requiere una cantidad de energía significativa para ionizar el gas con el fin de producir el plasma, el dispositivo de visualización de plasma puede llegar a calentarse mucho. Asimismo, dependiendo del color de una zona específica del panel, se pueden crear puntos calientes en la pantalla, lo que puede tener como consecuencia una degradación prematura de los fósforos, que a su vez reducirá la vida de la pantalla y causará tensiones térmicas en el propio panel. Por consiguiente, se requiere un difusor de calor para reducir los efectos de estos puntos calientes.

[0071] Se ha descubierto que las láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado, especialmente los laminados de partículas comprimidas de grafito exfoliado, son especialmente útiles como difusores de calor para los paneles de visualización de plasma. En la práctica, esto requiere que se fabriquen los difusores de calor de grafito con una capa de adhesivo sobre los mismos para adherir el difusor de calor al panel de visualización de plasma, especialmente durante el proceso de ensamblaje del panel de visualización de plasma. Es necesario utilizar un soporte de desprendimiento que recubra el adhesivo, con el adhesivo colocado entre el soporte de desprendimiento y la lámina de grafito, para así permitir el almacenaje y transporte del difusor de calor de grafito antes de su adhesión al panel de visualización de plasma.

[0072] El uso de una lámina (o un laminado compuesto de varias láminas) de grafito revestida de adhesivo con un soporte de desprendimiento exige una serie de requisitos que deben satisfacerse si se desea que resulten prácticos en un proceso de fabricación de paneles de visualización de plasma de alto volumen. Más en concreto, es necesario poder desprender el soporte de desprendimiento de la lámina a una velocidad elevada sin provocar la delaminación del grafito. La delaminación se produce cuando el soporte de desprendimiento tira del adhesivo y arranca parte del grafito de la lámina al ser desprendido, provocando así una pérdida de grafito, una degradación de la propia lámina de grafito y la disminución del adhesivo que se necesita para adherir la lámina de grafito al panel de visualización de plasma, además de proporcionar una apariencia antiestética y poco atractiva.

[0073] Sin embargo, aunque se deberían seleccionar el adhesivo y el soporte de desprendimiento para permitir el desprendimiento de dicha capa del adhesivo/lámina de grafito sin producir una delaminación del grafito, el adhesivo debe ser lo suficientemente fuerte como para mantener la lámina de grafito en su sitio en el panel de visualización de plasma mientras el panel adopta cualquier orientación dentro de una determinada gama y para garantizar un contacto térmico satisfactorio entre el difusor o difusores de calor y el panel.

[0074] Asimismo, el adhesivo no debe causar una disminución significativa del rendimiento térmico del difusor de calor. En otras palabras, un adhesivo aplicado en una capa de grosor sustancial puede interferir con el rendimiento térmico del difusor de calor, ya que el adhesivo podría interferir con la conducción de calor desde el panel de visualización de plasma al difusor de calor.

[0075] Por consiguiente, la combinación de adhesivo y soporte de desprendimiento debe alcanzar un equilibrio, de tal manera que proporcione una carga de desprendimiento no superior a aproximadamente 40 g/cm, prefiriéndose que no sea superior a aproximadamente 20 g/cm y de forma idónea no superior a aproximadamente 10 g/cm, a una velocidad de desprendimiento de aproximadamente 1 m/s, según las mediciones, por ejemplo, de un equipo de ensayo de desprendimiento a alta velocidad ChemInstruments HSR-1000. Por ejemplo, si se desea extraer el soporte de desprendimiento a una velocidad de aproximadamente 1 m/s para ajustarse a los requisitos de fabricación de alto volumen del panel de visualización de plasma, la carga de desprendimiento media del soporte de desprendimiento no debería ser superior a aproximadamente 40 g/cm, de forma ventajosa no debería ser superior a aproximadamente 20 g/cm, y de forma idónea no debería ser superior a aproximadamente 10 g/cm, con el fin de permitir el desprendimiento del soporte de desprendimiento sin producir una delaminación del grafito a esa velocidad de desprendimiento. A tal fin, el adhesivo idóneamente debería tener un grosor máximo de aproximadamente 0,3 mm.

[0076] Otro factor que se debe tener en cuenta es la fuerza de adhesión del adhesivo que, como se ha indicado anteriormente, debería ser suficiente para mantener el difusor de calor en su sitio en el panel de visualización de plasma durante el proceso de fabricación de dicho panel de visualización de plasma y garantizar un contacto térmico satisfactorio entre el difusor de calor y el panel de visualización de plasma. Con el fin de obtener la adhesión deseada, el adhesivo debería contar con una resistencia mínima al cizallamiento del solapado de al menos aproximadamente 125 g/cm², y más preferentemente una resistencia media al cizallamiento del solapado de al menos aproximadamente 700 g/cm², según las mediciones de, por ejemplo, un probador de tensión ChemInstruments TT-1000.

[0077] Teniendo en cuenta todos estos factores, como se ha indicado anteriormente el adhesivo no debería interferir sustancialmente con el rendimiento térmico del difusor de calor. Esto quiere decir que la presencia del adhesivo

no debería tener como consecuencia un incremento de la resistencia térmica a través del grosor del difusor de calor superior a aproximadamente un 100%, en comparación con el propio material del difusor de calor sin adhesivo. De hecho, en la realización más preferida, el adhesivo no tendrá como consecuencia un aumento de la resistencia térmica de más de aproximadamente el 35%, en comparación con el material del difusor de calor sin adhesivo. Por consiguiente, el adhesivo debe satisfacer los requisitos de carga de desprendimiento y el requisito de resistencia media al cizallamiento del solapado mientras es lo suficientemente delgado como para evitar un incremento demasiado elevado en la resistencia térmica. A tal fin, el adhesivo no debería tener un grosor superior a aproximadamente 0,5 mm, y más preferentemente no superior a aproximadamente 0,25 mm.

[0078] Con el fin de conseguir el equilibrio descrito anteriormente necesario para la producción de un difusor de calor que resulte útil para su aplicación a un panel de visualización de plasma en un proceso de fabricación de gran volumen, donde el difusor de calor es una lámina o laminado de partículas comprimidas de grafito exfoliado que poseen un grosor no superior a aproximadamente 2.0 mm y una densidad de entre aproximadamente 1,6 y aproximadamente 1,9 g/cm³, un adhesivo acrílico sensible a la presión Aroset 3300 comercializado por Ashland Chemical con el grosor deseado, combinado con un soporte de desprendimiento fabricado con papel Kraft revestido de silicona, como por ejemplo un soporte de desprendimiento L2 comercializado por Sil Tech, una división de Technicote Inc., puede obtener los resultados deseados. Por consiguiente, se proporciona un difusor de calor compuesto que comprende un material difusor de calor, como por ejemplo una lámina o laminado de partículas comprimidas de grafito exfoliado, los cuales poseen un adhesivo sobre los mismos de un grosor tal que el rendimiento térmico del material difusor de calor no se encuentra afectado sustancialmente, con un soporte de desprendimiento ubicado de tal forma que el adhesivo queda entre el material del difusor de calor y el material de desprendimiento. Durante su funcionamiento, puede quitarse el material de desprendimiento de la combinación de difusor de calor/adhesivo y aplicar dicha combinación de difusor de calor/adhesivo a un panel de visualización de plasma, de manera que el adhesivo adhiere el material difusor de calor al panel de visualización de plasma. Asimismo, cuando se fabrica una pluralidad de paneles de visualización de plasma, se aplica al menos una combinación de difusor de calor/adhesivo a cada uno de la pluralidad de paneles de visualización de plasma.

[0079] De esta forma, se suministra un difusor de calor superior para paneles de visualización de plasma de tal manera que se puede continuar con un volumen elevado de fabricación de dichos paneles de visualización de plasma mientras el difusor de calor es suministrado y aplicado a los paneles.

[0080] Con el fin de facilitar una comprensión más completa de la invención, a continuación se proporcionan una serie de ejemplos. Sin embargo, el ámbito de la invención no está limitado a las realizaciones específicas descritas en estos ejemplos, que se presentan únicamente a título ilustrativo. La totalidad de las proporciones y cantidades mencionadas en los siguientes ejemplos se indican en función del peso, a menos que se indique lo contrario.

Ejemplo 1

[0081] Se llevaron a cabo ensayos de desprendimiento de soporte de desprendimiento a alta velocidad utilizando un equipo de ensayo de desprendimiento a alta velocidad ChemInstruments HSR-1000. De acuerdo con las condiciones del ensayo, se fijaron la velocidad de la rueda de transmisión a 121,9 y 243,8 metros/minuto (400 y 800 pies/minuto), el ángulo de desprendimiento a 180°, la velocidad de desprendimiento de superficie a 1 y 2 metros/segundo (40 y 80 pulgadas/segundo), la velocidad de desprendimiento del difusor a 0,5 y 0,25 segundos y el tamaño de la muestra a 5,1 cm (2 pulgadas) por 20,3 cm (8 pulgadas).

[0082] En la Figura 1 se muestra el diagrama del ensayo de desprendimiento a alta velocidad. Se pela ligeramente el soporte de desprendimiento (20) tirando desde un extremo expuesto de la muestra en la que se expone el difusor de calor de grafito (10) y el soporte de desprendimiento (20). El extremo expuesto del grafito (10) se mantiene en su sitio firmemente con una abrazadera (100), mientras que se une una lengüeta de papel (110) al extremo libre del soporte de desprendimiento (20). A continuación se dobla la lengüeta de papel (110) sobre sí misma y se alimenta entre una rueda de transmisión (120) y una rueda de guía (125). El ensayo consiste en impulsar la rueda de transmisión (120) a una velocidad preestablecida y presionarla contra la lengüeta de papel (20), que está soportada por la rueda de guía (125) ilustrada en la Figura 2. La lengüeta (20), impulsada por la rueda de transmisión (120), se desplaza a la misma velocidad que la rueda de transmisión (120), tirando del soporte de desprendimiento (20) y separándolo de la cizalla de grafito (10).

[0083] Puesto que la lengüeta de papel (110) está doblada sobre sí misma, se retira el soporte de desprendimiento (20) de la cizalla de grafito (10) a un ángulo de desprendimiento de aproximadamente 180°. Esto hace que la interfaz adhesiva se desplace a lo largo de la superficie de la muestra de grafito (10) a la mitad de la velocidad de la lengüeta de papel (110). Como se ha señalado anteriormente, se llevaron a cabo ensayos a velocidades de rueda de transmisión (120) de 121,9 y 243,8 m/minuto (400 y 800 pies/minuto), lo que se corresponde a velocidades de desprendimiento de interfaz de 1 y 2 m/segundo (40 y 80 pulgadas por segundo). A su vez, estas velocidades corresponden a una velocidad de desprendimiento del soporte de desprendimiento de 0,5 y 0,25 segundos, respectivamente.

[0084] Durante cada ensayo se registró la máxima fuerza de desprendimiento en gramos por 5,1 cm (2 pulgadas) de anchura de la muestra. Después del ensayo, se inspeccionó cada muestra en busca de signos de delaminación de grafito, áreas elevadas de grafito o transferencias de grafito para el soporte de desprendimiento. Se consideró que una muestra no aprobaba el ensayo si se observaba algún área grande de grafito levantada o si se producía alguna delaminación del grafito.

[0085] Se sometieron a ensayo un total de 199 muestras de material difusor de calor de grafito eGraf 755, revestidas con adhesivo Aroset 3250, a una velocidad de desprendimiento de 0,5 segundos. De ellas, 163 aprobaron el ensayo, mientras que 36 no lo lograron, lo que representa un índice de aprobación del 82%. El promedio de la fuerza de desprendimiento máxima medida en las muestras que no aprobaron el ensayo fue de 154 gramos por 5,1 cm (2 pulgadas) de ancho, mientras que el promedio de las que aprobaron el ensayo fue de 42 gramos por 5,1 cm (2 pulgadas) de ancho.

[0086] Se sometieron a ensayo un total de 12 muestras revestidas con adhesivo Aroset 3300, 8 a una velocidad de desprendimiento de 0,5 segundos y 4 a una velocidad de desprendimiento de 0,25 segundos. En ambos casos, todas las muestras aprobaron los ensayos. El promedio de la fuerza de desprendimiento máxima medida en las muestras sometidas a ensayo a la velocidad más lenta fue sólo de 17,4 gramos por cada 5,1 cm (2 pulgadas) de ancho, mientras que para la velocidad más rápida, el promedio fue de sólo 19,7 gramos por cada 5,1 cm (2 pulgadas) de ancho.

Ejemplo 2

[0087] Se llevaron a cabo los ensayos de adhesión del cizallamiento del solapado con el equipo para ensayos de tracción Cheml Instruments TT-1000. Las condiciones del ensayo se establecieron de tal manera que la velocidad de cruceta era de 1,27 cm/minuto (0,5 pulgadas/minuto) y el tamaño de área de cizallamiento del solapado era de 1,27 cm por 1,27 cm (1 pulgada por 1 pulgada). El tamaño de espécimen de eGraf era de 1,27 cm (1 pulgada) de ancho por 10,16 cm (4 pulgadas) de largo. El material de sustrato de ensayo [era de] vidrio y el tamaño de sustrato de ensayo era de 5,08 cm (2 pulgadas) por 10,16 cm (4 pulgadas) de largo. Los especímenes se troquelaron a partir de cada cizallamiento de muestra después de fijar la muestra al sustrato de vidrio, y se aplicó un peso de 1.000 gramos a la junta de grafito/vidrio en el lado del grafito durante 20 minutos antes del ensayo. No se aplicaron otras fuerzas a la junta.

[0088] Se ensamblaron las muestras en el equipo para ensayos de tracción, con el sustrato de vidrio ubicado en la mandíbula superior y la muestra ubicada en la mandíbula inferior. Se llevaron a cabo ensayos a una velocidad de cruceta de 1,27 cm/minuto (0,5 pulgadas/minuto). Se obtuvo un cizallamiento de solapado máximo para cada muestra.

[0089] Se sometieron a prueba 100 muestras de difusor de calor de grafito eGraf 755 revestidas con adhesivo Aroset 3250, junto con 10 muestras de difusor de calor de grafito eGraf 755 revestidas con adhesivo Aroset 3300. El promedio de resistencia máxima al cizallamiento de solapado para las muestras revestidas de adhesivo Aroset 3250 fue de 4.129 gramos, mientras que el promedio para las muestras revestidas de adhesivo Aroset 3300 fue de 3.738 gramos. La desviación estándar para las muestras de adhesivo Aroset 3250 fue de 1.422 gramos y la de las muestras de adhesivo Aroset 3300 fue de 1.822 gramos. Por consiguiente, existe un promedio de una reducción del 10% en la resistencia al cizallamiento de solapado cuando se utiliza el adhesivo Aroset 3300.

Ejemplo 3

[0090] Se llevaron a cabo ensayos de adherencia (en inglés, *probe tack*) utilizando un equipo de ensayo de adherencia Cheml Instruments PT-1000. Este ensayo mide el “agarre” inicial del adhesivo sobre un sustrato en condiciones sin carga. Se obtuvieron las cargas del ensayo de adherencia para muestras de difusor de calor de grafito eGraf 755 revestido con adhesivo Aroset 3250 y adhesivo Aroset 3300, respectivamente.

[0091] Se llevaron a cabo los ensayos de adherencia en 26 muestras revestidas con adhesivo Aroset 3250 y 16 muestras revestidas con adhesivo Aroset 3300. Las muestras de Aroset 3250 provinieron de 3 difusores, mientras que las muestras de Aroset 3300 provinieron de 2 difusores. El promedio de las cargas de adherencia para las muestras revestidas con adhesivo Aroset 3250 fue de 23 gramos, mientras que el promedio para muestras revestidas con adhesivo Aroset 3300 fue de 19,1 gramos. La desviación estándar para las muestras revestidas con Aroset 3250 fue de 10,5 gramos, mientras que para las muestras revestidas con Aroset 3300 fue de 9,0 gramos, lo que indica que como media se produce una reducción del 17% de la carga de adherencia para el adhesivo Aroset 3300, en comparación con el adhesivo Aroset 3250.

Ejemplo 4

[0092] Se llevaron a cabo ensayos de resistencia térmica a través del grosor utilizando un equipo de ensayo de conductividad térmica modificado ASTM D5470. Estos ensayos se realizaron en un difusor de calor de grafito eGraf sin adhesivo y un difusor de calor eGraf 755 con un adhesivo Aroset 3250 o un adhesivo Aroset 3300 aplicado a sólo una cara. Se sometieron a ensayo dos muestras de cada material. Las muestras eran de 5,08 cm (2,0 pulgadas) de

5 diámetro y los ensayos se realizaron a una presión de contacto de 110 kilopascales (16 psi) y una temperatura nominal de espécimen de 50 °C. El material eGraf 755 sin adhesivo poseía una resistencia térmica de 3,48 cm² °C/W. La muestra revestida con Aroset 3250 tenía una resistencia térmica que oscilaba entre 4,46 y 4,55 cm² °C/W, mientras que la de la muestra revestida con adhesivo Aroset 3300 oscilaba entre 3,77 y 3,99 cm² °C/W, lo que indica que el rendimiento térmico de la muestra revestida con adhesivo Aroset 3300 es sustancialmente mejor que el de la muestra revestida con adhesivo Aroset 3250.

[0093] Los ejemplos anteriores ilustran los ensayos de equilibrio que deben realizarse para identificar los soportes de desprendimiento y adhesivos aceptables para su uso con materiales difusores de calor con el fin de obtener el compuesto equilibrado de difusor de calor de la presente invención.

10 **[0094]** Es evidente que la invención descrita anteriormente podrá ser objeto de un gran número de modificaciones. Estas variaciones no serán consideradas una desviación del ámbito de la presente invención, y se sobreentenderá que se incluyen en el ámbito de las reivindicaciones que se muestran a continuación cualesquiera modificaciones que resulten obvias para un experto en el campo de la invención.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para proporcionar una difusión de calor a un panel de visualización de plasma que comprende células de descarga, que comprende (a) el suministro de un difusor de calor sustancialmente plano que incluye principalmente una o varias láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado (10) con un adhesivo sobre las mismas; (b) el suministro de un material de desprendimiento (20) ubicado de tal manera que el adhesivo queda posicionado entre una o varias láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado (10) y el material de desprendimiento (20); (c) la extracción del material de desprendimiento (20); y (d) la aplicación del difusor de calor a un panel de visualización de plasma, de manera que el difusor de calor recubre una pluralidad de células de descarga y el adhesivo adhiere el difusor de calor al panel de visualización de plasma de una forma apropiada para mantener el difusor de calor en su sitio, con independencia de la orientación del panel de visualización de plasma.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se seleccionan el material de desprendimiento (20) y el adhesivo para permitir una velocidad predeterminada de desprendimiento del material de desprendimiento sin causar un daño no deseado a una o varias láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado (10).
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el promedio de carga de desprendimiento proporcionado por el adhesivo y el material de desprendimiento no es superior a 10 gramos por centímetro a una velocidad de desprendimiento de 1 metro por segundo.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el adhesivo consigue un promedio de resistencia a la adhesión del cizallamiento de solapado de al menos 125 gramos por centímetro cuadrado.
- 20 5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el grosor del adhesivo no es superior a 0,5 mm.
6. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el grosor del adhesivo no es superior a 0,25 mm.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que en ausencia de un disipador de calor se puede utilizar el difusor de calor para disipar calor a través de una pluralidad de células de descarga.
- 25 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el difusor de calor incluye principalmente una o varias láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado (10) que transmiten calor a lo largo del plano de una o varias láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado (10).

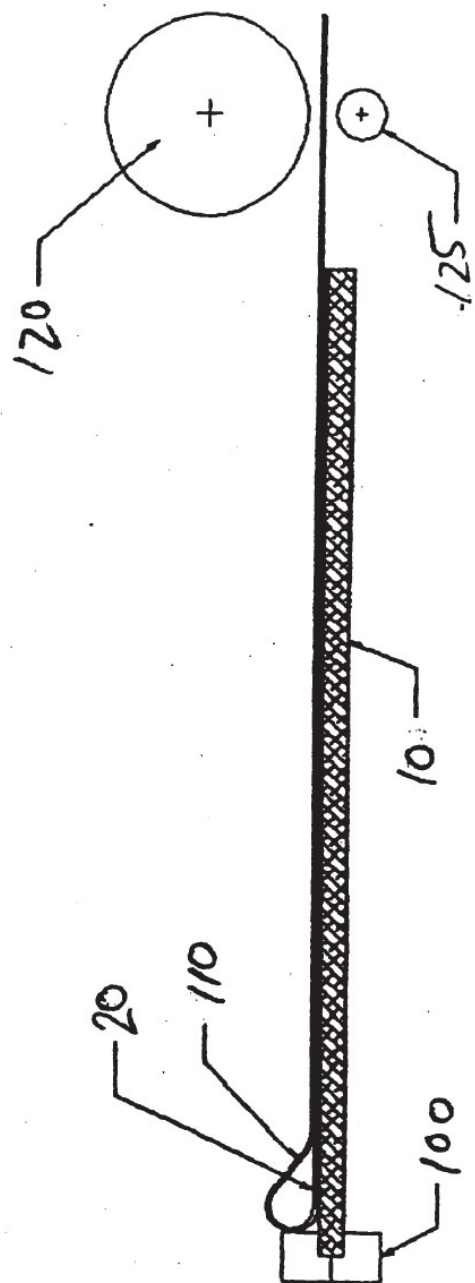


FIG. 1

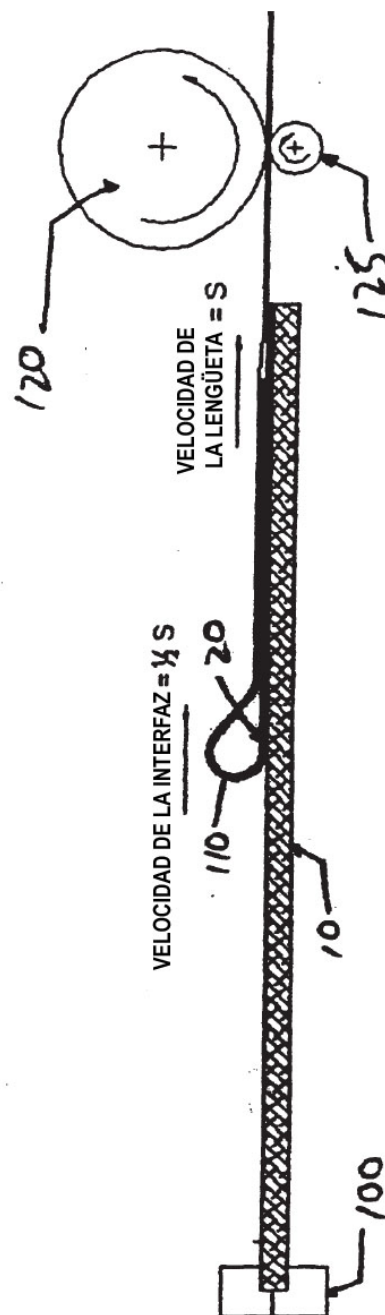


FIG. 2