

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 375 672**

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08104939 .7**  
96 Fecha de presentación: **07.03.2006**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1993337**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.11.2008**

54 Título: **SISTEMA DE DISIPACIÓN TÉRMICA PARA DISPOSITIVOS ELECTRÓNICOS PORTÁTILES.**

30 Prioridad:  
**07.07.2005 US 176596**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**05.03.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**05.03.2012**

73 Titular/es:  
**GRAFTECH INTERNATIONAL HOLDINGS INC.  
12900 SNOW ROAD  
PARMA, OH 44130, US**

72 Inventor/es:  
**Smalc, Martin David;  
Shives, Gary D. y  
Reynolds, Robert Anderson, III**

74 Agente: **Ponti Sales, Adelaida**

**ES 2 375 672 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

Sistema de disipación térmica para dispositivos electrónicos portátiles

**Campo técnico**

5 [0001] La presente invención se refiere a una solución térmica capaz de proteger térmicamente los componentes de un dispositivo electrónico con el fin de prevenir o reducir los efectos del calor en dichos componentes del dispositivo.

**Antecedentes de la invención**

10 [0002] El desarrollo de dispositivos electrónicos cada vez más sofisticados –incluidos aquellos capaces de una mayor velocidad de procesamiento y frecuencias más altas, con un tamaño más reducido y requisitos de energía más complicados, y que ofrecen otros avances tecnológicos, como por ejemplo ordenadores portátiles, teléfonos móviles, agendas electrónicas (PDA) y otros dispositivos portátiles relacionados, además de otros dispositivos en los que los componentes están ubicados muy cerca los unos de los otros– hace que se puedan generar temperaturas relativamente extremas. Por ejemplo, los amplificadores de potencia y los procesadores de señales digitales pueden generar un calor significativo, especialmente en los teléfonos móviles. Sin embargo, estos componentes, así como las baterías, los microprocesadores, los circuitos integrados y otros componentes electrónicos sofisticados normalmente funcionan de forma eficaz solo dentro de un rango determinado de temperaturas umbral. El calor excesivo generado durante el funcionamiento de estos componentes puede no solo perjudicar su propio rendimiento, sino también deteriorar el rendimiento y la fiabilidad de otros componentes del sistema y del sistema en su conjunto, llegando incluso a causar fallos o averías del sistema. La gama cada vez más extensa de condiciones ambientales (incluidas las temperaturas extremas) en las que se prevé que los sistemas electrónicos han de funcionar también intensifica los efectos negativos del calor excesivo.

20 [0003] Debido a la necesidad cada vez mayor de conseguir una disipación del calor en los dispositivos microelectrónicos, la gestión térmica se ha convertido en un elemento cada vez más importante en el diseño de los productos electrónicos. La fiabilidad de funcionamiento y la esperanza de vida útil de los equipos electrónicos guardan una relación inversamente proporcional a la temperatura de los componentes de dichos equipos. Por ejemplo, una reducción en la temperatura de funcionamiento de un dispositivo, por ejemplo un semiconductor típico de silicio, o de manera similar las temperaturas a las que el semiconductor es expuesto por parte de los otros componentes, puede corresponderse con un incremento en la velocidad de procesamiento, la fiabilidad y la esperanza de vida útil de dicho dispositivo. Por lo tanto, para aumentar al máximo la vida útil y fiabilidad de un componente, resulta de vital importancia el control de las temperaturas a las que son expuestos los componentes.

30 [0004] Aunque es posible aislar simplemente los componentes generadores de calor en un dispositivo electrónico, esta acción puede presentar inconvenientes. El aislamiento de una fuente de calor mantiene el calor generado por la fuente de calor en el componente generador del calor y alrededor del mismo. Por consiguiente, incrementa la carga térmica en ese componente, lo que puede reducir la eficacia del funcionamiento o la vida útil del componente. Por lo tanto, es necesario que el calor generado por un componente en un sistema sea canalizado o esparcido desde el componente generador de calor, además de la necesidad de proteger de dicho calor otros componentes del dispositivo.

35 [0005] Un grupo de materiales relativamente ligeros adecuados para su uso en la disipación de calor de las fuentes de calor, como por ejemplo los componentes electrónicos, son los materiales conocidos en general como grafitos, y en particular los grafitos basados en grafitos naturales y grafito flexible, tal y como se describirá más adelante. Estos materiales son anisotrópicos y permiten el diseño de dispositivos de disipación térmica para que puedan transferir preferentemente el calor en direcciones seleccionadas. Los materiales de grafito son mucho más ligeros y cuentan con un gran número de ventajas, si los comparamos con el cobre o el aluminio.

45 [0006] Los grafitos se componen de planos de capas de estructuras o redes hexagonales de átomos de carbono. Estos planos de capas de átomos de carbono dispuestos hexagonalmente son sustancialmente planos, están orientados u ordenados de forma sustancialmente paralela y son equidistantes entre sí. Las láminas o capas de átomos de carbono sustancialmente equidistantes, paralelas y 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 y la difusión de fluidos.

50 [0007] En síntesis, 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.

5 **[0008]** Como se ha indicado anteriormente, las fuerzas de unión que mantienen juntas 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.

10 **[0009]** Una escama de grafito que se ha expandido en gran medida y, más concretamente, que se ha expandido hasta alcanzar un grosor final o una dimensión de dirección "c" que es aproximadamente 80 veces o más 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 aproximadamente 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 voluminosamente.

20 **[0010]** Como se ha indicado anteriormente, se ha llegado a la conclusión de que, además de flexibilidad, el material de láminas también posee un alto grado de anisotropía con respecto a la conductividad térmica y eléctrica y la difusión de fluidos, comparable al material de partida de grafito natural, debido a la orientación de las partículas de grafito y capas de grafito expandidas, sustancialmente paralelas a las caras opuestas de la lámina y que son el resultado de una compresión muy elevada, por ejemplo, causada por un prensado de rodillos. El material de lámina que se produce de esta manera posee una flexibilidad excelente, una buena resistencia y un grado de orientación muy elevado.

25 **[0011]** En síntesis, 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 aproximadamente 80 veces o más la de las partículas originales, con el fin de formar una lámina de grafito sustancialmente integrada, flexible y plana. Las partículas de grafito expandidas que generalmente son de apariencia vermiforme o en forma de gusanos, una vez comprimidas, mantienen las propiedades de compresión y la alineación con las superficies principales opuestas de la lámina. Es posible variar la densidad y el grosor del material de lámina controlando el grado de compresión. La densidad del material de lámina puede encontrarse dentro del rango comprendido entre aproximadamente 0,04 g/cm<sup>3</sup> y aproximadamente 2,0 g/cm<sup>3</sup>. El material de lámina de grafito flexible exhibe un grado apreciable de anisotropía debido a la alineación de partículas de grafito de manera paralela a las principales superficies paralelas y opuestas de la lámina, y el grado de anisotropía aumenta cuando se prensa a rodillo el material de lámina para incrementar la orientación. En el material de lámina anisotrópico prensado a rodillo, el grosor, es decir, la dirección perpendicular a las superficies de láminas paralelas y opuestas, comprende la dirección "c", mientras que las direcciones a lo largo de la longitud y el ancho, es decir, a lo largo o paralelas a las superficies principales opuestas, comprenden las direcciones "a". Las propiedades térmicas, eléctricas y de difusión de fluidos de la lámina son muy diferentes, por varios órdenes de magnitud, para las direcciones "c" y "a".

40 **[0012]** Aunque se ha sugerido el uso de láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado (es decir, grafito flexible) como difusores de calor, interfaces térmicas y partes componentes de disipadores de calor para disipar el calor generado por una fuente de calor (véanse, por ejemplo, las patentes estadounidenses nº 6.245.400, 6.482.520, 6.503.626 y 6.538.892), no se han abordado adecuadamente los problemas de "temperatura al tacto", es decir, el calentamiento de superficies exteriores de un dispositivo electrónico hasta el punto de que causen incomodidad o peligro para un usuario, así como el calentamiento de componentes adyacentes.

45 **[0013]** En JP2003008263 se revela un miembro de conducción de calor que puede garantizar las propiedades de aislamiento eléctricas de una lámina de grafito, a la vez que favorece su delgadez, y proporcionar un dispositivo electrónico que posee el miembro de conducción de calor. Se coloca o adhiere un miembro de conducción de calor en una posición próxima a un dispositivo de disipación de calor para transmitir el calor generado, cuando se opera el dispositivo de disipación de calor, al lateral de una pieza de enfriamiento, y posee una lámina de grafito; y una película delgada de carbono similar a un diamante que posee propiedades de aislamiento eléctricas, formado en la superficie de la lámina de grafito.

50 **[0014]** En WO 004/64808 A se divulga una lámina de grafito flexible que muestra una isotropía mejorada. Asimismo, se divulga un aparato, sistema y método para producir continuamente una lámina de grafito flexible impregnada con resina.

**[0015]** Por consiguiente, existe una necesidad continuada de diseños mejorados de soluciones térmicas para componentes electrónicos de dispositivos portátiles o miniaturizados, como por ejemplo ordenadores portátiles, teléfonos móviles y

agendas electrónicas (PDA), en los que resulta necesario bloquear el calor de un componente para que no tenga un efecto sobre los componentes próximos, mientras que a la vez se esparce o disipa dicho calor.

**Resumen de la invención**

5 **[0016]** De conformidad con la presente invención se proporciona un sistema de disipación térmica y protección térmica para un dispositivo electrónico, en particular un teléfono móvil, que comprende:

un dispositivo electrónico que comprende:

un primer componente (122) que comprende una fuente de calor;

un segundo componente adyacente (126, 134 y 135); y

10 una solución térmica (10) que comprende dos superficies principales (10a y 10b), estando ubicada la solución térmica (10) de tal manera que queda interpuesta entre el primer componente (122) y el segundo componente adyacente, y en el que la solución térmica (10) sirve para disipar o esparcir el calor desde la fuente de calor y proteger al segundo componente adyacente del calor generado por el primer componente (122);

15 en el que la solución térmica (10) comprende al menos una lámina de partículas comprimidas de grafito exfoliado que poseen una conductividad térmica en el plano de al menos 140 W/m K, siendo la conductividad térmica en el plano de al menos una lámina de partículas comprimidas de grafito exfoliado mayor que su conductividad térmica a través del plano, y además en el que el área de superficie de una de las superficies principales (10a y 10b) de la solución térmica (10) es mayor que el área de superficie del primer componente (122).

20 **[0017]** La presente invención proporciona una solución térmica capaz de disipar el calor de un componente electrónico generador de calor, mientras que simultáneamente protege a otros componentes –especialmente adyacentes– de los efectos del calor generado por el componente generador de calor. La solución térmica de la invención comprende al menos una lámina anisotrópica de partículas comprimidas de grafito exfoliado (también denominado en el presente “grafito flexible”). Tal y como se usa en el presente, el término “grafito flexible” también hace referencia a láminas de grafito pirolítico, ya sean sencillas o que forman parte de un laminado. Las láminas de grafito flexible utilizadas como la solución térmica de la presente invención poseen una conductividad térmica en el plano sustancialmente más alta que su conductividad térmica a través del plano. En otras palabras, la solución térmica de la presente invención posee una relación anisotrópica térmica relativamente alta (de aproximadamente 10 o superior). La relación anisotrópica térmica consiste en la relación o coeficiente entre la conductividad térmica en el plano y la conductividad térmica a través del plano.

30 **[0018]** La solución térmica comprende dos superficies principales, una de las cuales puede estar en contacto operativo con una superficie de la fuente de calor, como por ejemplo un disco duro o un procesador (los términos “contacto operativo” y “contacto directo operativo”, tal y como se utilizan en la industria de la gestión térmica de dispositivos electrónicos, hacen referencia a un difusor de calor, una interfaz térmica, un disipador de calor o similares que se encuentran en una posición tal que el calor de una fuente de calor se transfiere a dicho difusor de calor, interfaz térmica, disipador de calor o elemento similar). El área de la solución térmica es mayor que el área de contacto de la solución térmica en la fuente de calor, de tal manera que la conductividad térmica en el plano de la solución térmica sirve para disipar o difundir el calor de la fuente de calor. Alternativamente, se puede colocar la solución térmica de la invención en el dispositivo de tal manera que uno o varios componentes del dispositivo quedan protegidos del calor generado dentro del dispositivo, incluso cuando la solución térmica no se encuentra en contacto operativo o contacto operativo directo con la fuente de calor.

40 **[0019]** Debido a la conductividad térmica a través del plano relativamente baja (o, por decirlo de otra forma, la relación anisotrópica térmica alta), el calor generado no se transfiere fácilmente a través del grosor de la solución térmica (es decir, en la dirección entre las dos superficies principales). Por consiguiente, cuando se coloca la solución térmica entre la fuente de calor y otro componente en el dispositivo en el que se ubica la fuente de calor, la solución térmica reduce o elimina el flujo de calor desde la fuente de calor al otro componente. La naturaleza conformable de la solución térmica de la presente invención permite su uso incluso en aplicaciones en las que el espacio está limitado, como por ejemplo los teléfonos móviles, las agendas electrónicas (PDA) y dispositivos similares.

45 **[0020]** Asimismo, otro de los beneficios de la utilización de un material de grafito flexible como la solución térmica de la invención radica en la habilidad de los materiales gráficos para bloquear interferencias electromagnéticas y de radiofrecuencia (EMI/RF). Se estima que las soluciones térmicas de esta invención permitirán proteger a los componentes del dispositivo en el que se colocan por lo que respecta a interferencias EMI/RF, además de llevar a cabo la función de disipación/protección térmica que constituye su objetivo primario.

50 **[0021]** En otra realización de la invención, la solución térmica puede tener una capa de aluminio u otro conductor isotrópico, como por ejemplo cobre, laminado o revestido sobre la misma, de manera que se sitúe entre la solución térmica y los

componentes del dispositivo con el fin de mejorar la manejabilidad y robustez mecánica de la solución térmica, así como para modificar las características de transferencia térmica y protección contra interferencias EMI/RF de la solución térmica. De la misma forma, un material de interfaz térmico, como por ejemplo una grasa térmica o una interfaz térmica basada en grafito como la descrita en la Solicitud de Patente Internacional nº PCT/US02/40238 y/o que distribuye comercialmente Advanced Energy Technology Inc., de Lakewood, Ohio, Estados Unidos de América, dentro de su línea de productos eGraf Hi-Therm™, puede interponerse entre la fuente de calor y la solución térmica de la invención a fin de facilitar la transferencia térmica entre la fuente de calor y la solución térmica de la invención. En otra realización adicional, se puede utilizar un material reflectante en una de las superficies de la solución térmica, el cual puede colocarse bajo el teclado de un teléfono móvil o agenda electrónica (PDA) con el fin de proteger el teclado y proteger al usuario del calor generado dentro del dispositivo, además de mejorar la visibilidad del teclado. Otra realización adicional de la invención coloca la solución térmica entre las capas del circuito impreso del dispositivo con el fin de proteger los componentes de un lateral del circuito impreso (ya formen parte integral del circuito impreso o estén en una posición adyacente al mismo) del calor generado en el otro lado del circuito impreso.

**[0022]** Además, con el fin de mejorar la robustez mecánica y manejabilidad de la solución térmica, y potencialmente de bloquear o proporcionar una protección adicional contra el calor para evitar su transmisión a los componentes protegidos, se puede revestir la solución térmica con una capa de un material relativamente no conductor térmicamente, como por ejemplo un plástico del tipo de material Mylar® u otras resinas o materiales similares.

**[0023]** El uso de una capa de aluminio, plástico, etc., en una o ambas de las superficies principales de la solución térmica puede presentar una ventaja adicional. Se han expresado temores –aunque se estima que no están fundamentados– sobre la posibilidad de que el uso de un componente de grafito dentro de un dispositivo electrónico pueda ocasionar problemas debido a la descamación de las partículas de grafito del componente de grafito. El aluminio, plástico, etc., también pueden servir para (o ayudar a) revestir la solución térmica de grafito, eliminando así cualquier posibilidad práctica de descamación del grafito.

**[0024]** Por consiguiente, un objetivo de la presente invención es proporcionar una solución térmica mejorada para proteger los componentes de un dispositivo electrónico contra el calor generado o presente en dicho dispositivo.

**[0025]** Otro objetivo adicional de la presente invención es proporcionar una solución térmica que posea una relación anisotrópica térmica lo suficientemente alta como para funcionar eficazmente en la disipación del calor, evitando a la vez la transferencia de calor a estructuras adyacentes.

**[0026]** Otro objetivo adicional de la presente invención es proporcionar una solución térmica conformable que suministre una disipación de calor y un bloqueo (o protección) contra el calor en un entorno en donde el espacio disponible sea limitado.

**[0027]** Pueden lograrse estos objetivos, y otros que serán evidentes para los expertos en este campo cuando lean la siguiente descripción, al proporcionar un sistema de disipación de calor y de protección contra el calor para un dispositivo electrónico (como un ordenador portátil, un teléfono móvil, una agenda electrónica (PDA) u otro dispositivo portátil), donde el dispositivo incluye un primer componente (por ejemplo, un amplificador de potencia, un procesador de señales digitales o un disco duro) que genera calor que podría transmitirse potencialmente a un segundo componente del dispositivo (por ejemplo, una batería, conjunto de chips, o pantalla de cristal líquido o de otro tipo); y una solución térmica que posee dos superficies principales, estando ubicada la solución térmica de tal forma que una de sus superficies principales se encuentra en contacto operativo con el primer componente, de tal manera que queda interpuesta entre el primer componente y el segundo componente, y en el que la solución térmica comprende al menos una lámina de grafito flexible. Por “contacto operativo” se entiende que el calor de la fuente de calor es transferido a la solución térmica, aun cuando no hay contacto físico directo entre la fuente de calor y la solución térmica. La solución térmica posee preferentemente una conductividad térmica en el plano de al menos 140 W/m K, más preferentemente de al menos aproximadamente 200 W/m K y una conductividad térmica a través del plano no superior a aproximadamente 12 W/m K, y más preferentemente no superior a aproximadamente 10 W/m K.

**[0028]** En la realización más preferida, el sistema de la invención incluye además un dispositivo de disipación de calor, como por ejemplo un disipador de calor, un tubo de calor, una placa de calor o combinaciones de los mismos, ubicados en una posición no adyacente directamente al primer componente, y en el que además una de las superficies principales de la solución térmica se encuentra en contacto operativo con el dispositivo de disipación de calor.

**[0029]** En otra realización de la invención la solución térmica puede tener una capa protectora, como por ejemplo de plástico, sobre la misma. Más preferentemente, la capa protectora tiene una conductividad térmica menor que la conductividad térmica a través del plano de al menos una lámina de grafito flexible. También se puede colocar un material de transferencia térmica, como por ejemplo un metal o una interfaz térmica, entre la solución térmica y el primer componente.

**[0030]** Se sobreentenderá que tanto la descripción general anterior como la descripción detallada que se presenta a

continuación presentan realizaciones de la invención y tienen como objetivo suministrar una visión general o estructura de comprensión de la naturaleza y el carácter de la invención, tal y como se describe en las reivindicaciones. Se incluyen los dibujos adjuntos con el fin de mejorar la comprensión de la invención. Estos dibujos se incorporan a la especificación y constituyen una parte de la misma. Asimismo, los dibujos ilustran diferentes realizaciones de la invención y, junto con la descripción tienen como objetivo explicar los principios y el funcionamiento de la invención.

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

[0031] La Figura 1 es una vista en perspectiva de una primera realización de la solución térmica de la presente invención ubicada en una posición que sirve de puente entre una fuente de calor y un disipador de calor.

[0032] La Figura 2a es una vista en perspectiva de un ordenador portátil con parte de su carcasa extraída.

[0033] La Figura 2b es una vista en perspectiva de la realización de solución térmica de la Figura 1 colocada *in situ* en el ordenador portátil de la Figura 2a.

[0034] La Figura 3 es una vista en sección transversal de una segunda realización de la solución térmica de la presente invención con revestimientos de plástico y aluminio.

[0035] La Figura 4 es una vista en sección transversal despiezada de un teléfono móvil que posee una pluralidad de realizaciones de la solución térmica de la presente invención contenidas en su interior.

#### **Descripción detallada de las realizaciones preferidas**

[0036] Como se ha señalado, la solución térmica de la invención está integrada por láminas de partículas comprimidas de grafito exfoliado, que normalmente se denominan grafito flexible. 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 tratar las partículas de grafito, por ejemplo escamas de grafito natural, con un agente intercalante de, por ejemplo, una solución de ácido sulfúrico y nítrico, la estructura de cristal del grafito reacciona para formar un compuesto de grafito y el agente intercalante. Las partículas tratadas de grafito se denominarán en lo sucesivo "partículas de grafito intercalado". Al exponerse a altas temperaturas, el agente intercalante 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 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.

[0037] Los materiales de partida de grafito apropiados para su uso en la presente invención incluyen materiales carbonáceos altamente grafiticos capaces de intercalar ácidos orgánicos e inorgánicos, además de halógenos, y que después se expanden cuando son expuestos al calor. Estos materiales carbonáceos altamente grafiticos 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", según la fórmula:

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

0,095

en la que d(002) representa el espacio entre las capas grafiticas 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 reducen al mínimo el error total para todos estos picos. Entre los ejemplos de materiales carbonáceos altamente grafiticos 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 a altas temperaturas o la cristalización de soluciones de metal fundido y similar. Lo que más se prefiere es el grafito natural.

[0038] Los materiales de partida de grafito 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, cuya estructura de cristal posea el grado necesario de grafitación y que pueda ser exfoliado resulta apropiado para su uso con la presente invención. Este grafito preferentemente posee una pureza de al menos aproximadamente 80% por peso. Se prefiere aún más que el grafito utilizado en la presente invención posea una pureza de al menos aproximadamente 94%. En la modalidad más preferida, el grafito utilizado tendrá una pureza de al menos aproximadamente 98%.

**[0039]** Shane *et ál.*, en la patente estadounidense nº 3.404.061, describen un método común para la fabricación de láminas de grafito, cuya divulgación se incorpora al presente como referencia. En la práctica típica del método de Shane *et ál.* 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 comprendido entre aproximadamente 20 y aproximadamente 300 partes por peso de una solución intercalante por 100 partes por peso de escamas de grafito (partes por cien). La solución de intercalación contiene agentes oxidantes y otros agentes intercalantes conocidos en el estado de la técnica. Entre los ejemplos figuran aquéllos 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.

**[0040]** En una realización preferida, el agente intercalante 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 o 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.

**[0041]** 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. 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 revela y describe en la patente estadounidense nº 4.895.713, cuya divulgación también se incorpora al presente como referencia.

**[0042]** Las partículas de escama de grafito tratadas con solución de intercalación pueden entrar en contacto 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. Los agentes orgánicos específicos apropiados incluyen 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 dietilenglicol, 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 se encuentra aproximadamente entre un 0,5% y un 4% por peso de las partículas de escama de grafito.

**[0043]** 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 ventajosamente 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, 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 varios aspectos de la exfoliación. Se pueden emplear los solventes orgánicos apropiados para mejorar la solubilidad de un coadyuvante de expansión orgánico en la solución de intercalación.

**[0044]** Ejemplos representativos de ácidos carboxílicos alifáticos saturados son 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, ácidos anhídridos o derivados de ácido carboxílico reactivo, como por ejemplo 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 intercalantes 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 intercalante 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 hidroxibenzoico, 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 hidroxilo. Entre los ácidos policarboxílicos destaca el ácido cítrico.

**[0045]** 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.

**[0046]** Después de intercalar la escama de grafito, y tras la mezcla de la escama de grafito intercalada revestida con la solución de intercalación 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 el revestimiento con la solución de intercalación. 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.

**[0047]** 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 1000 °C y superiores, las partículas de grafito intercalado se expanden entre aproximadamente 80 y 1000 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 a las que, a diferencia de las escamas de grafito originales, se les puede dar forma y cortar para adoptar diferentes figuras.

**[0048]** Las láminas y hojas de grafito flexible son cohesivas, con una buena fuerza de manipulación, y están adecuadamente comprimidas, por ejemplo mediante el prensado de rodillos, con un grosor de aproximadamente 0,075 mm a 3,75 mm y una densidad típica de aproximadamente 0,1 a 1,5 gramos por centímetro cúbico ( $\text{g/cm}^3$ ). 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 estadounidense nº 5.902.762 (que se incorpora al presente como referencia) 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 temperaturas de hasta aproximadamente 1100 °C, y preferentemente hasta aproximadamente 1400 °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 circona, nitruro de boro, carburo de silicio y magnesia, fibras minerales naturales como fibras de metasilicato de calcio, fibras de silicato de aluminio y calcio, fibras de óxido de aluminio y similares.

**[0049]** Los métodos 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 intercalante de un aditivo de lubricación, tal y como se describe en la Solicitud de Patente Internacional nº PCT/US02/39749.

**[0050]** 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 mayor) 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 sin la fase de recocido. Las temperaturas utilizadas para la fase de recocido no deberían encontrarse significativamente por debajo de los 3000 °C, ya que las temperaturas que sean incluso solo 100 °C menores tienen como consecuencia una expansión sustancialmente reducida.

**[0051]** El recocido de la presente invención se realiza durante un periodo de tiempo suficiente para que tenga como

5 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 los mejores beneficios posibles, 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 los mejores beneficios posibles también puede repetirse la fase de intercalación.

10 **[0052]** Es posible realizar la fase de recocido de la presente invención en un horno de inducción o en otro aparato de este tipo 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 3000 °C, están en el extremo superior del rango que se produce en los procesos de grafitación.

15 **[0053]** Se ha observado que los gusanos producidos usando el grafito sometido al recocido de preintercalación pueden aglutinarse a veces, 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 convencionalmente 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. El aditivo de lubricación es preferentemente un hidrocarburo de cadena larga, y se prefiere aún más un hidrocarburo que posea al menos unos 10 carbonos. También se pueden utilizar otros compuestos orgánicos con grupos de hidrocarburos de cadena larga, incluso si otros grupos funcionales se encuentran presentes.

25 **[0054]** Se prefiere aún más 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 intercalante.

30 **[0055]** El aditivo de lubricación se encuentra presente en el agente intercalante 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 tiene una importancia tan fundamental como el límite inferior, no parece existir una ventaja adicional significativa en la inclusión del aditivo de lubricación en un nivel superior a aproximadamente 4 partes por cien.

35 **[0056]** 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 1200 °C y superiores, las partículas de grafito intercalado se expanden entre aproximadamente 80 y 1000 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 a las que, a diferencia de las escamas de grafito originales, se les puede dar forma y cortar para adoptar diferentes figuras, y se les puede dotar de pequeñas aberturas transversales por medio de un impacto mecánico de deformación, como se describe más adelante.

40 **[0057]** Las láminas y hojas de grafito flexible son cohesivas, con una buena fuerza de manipulación, y están adecuadamente comprimidas, por ejemplo mediante el prensado de rodillos, con un grosor de aproximadamente 0,075 mm a 3,75 mm y una densidad típica de aproximadamente 0,1 a 1,5 gramos por centímetro cúbico ( $\text{g/cm}^3$ ). 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 estadounidense nº 5.902.762 (que se incorpora a la presente como referencia) 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 idóneo 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 temperaturas de hasta aproximadamente 1100 °C, y preferentemente hasta aproximadamente 1400 °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 circonita, 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 **[0058]** La lámina de grafito flexible también puede a veces ser tratada ventajosamente con resina, y la resina absorbida, después de ser curada, 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. El 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 especialmente útiles en la práctica de la presente invención incluyen los sistemas de resinas con base acrílica, epoxi y fenólica, los fluoropolímeros o las mezclas de los mismos. Entre los sistemas de resina de epoxi apropiados figuran los basados en éter diglicídico de bisfenol A (DGEBA) y otros sistemas de resina multifuncionales; las resinas fenólicas que se pueden utilizar incluyen la fenólica de resol y novolac. Opcionalmente, el grafito flexible puede ser impregnado con fibras y/o sales, además o en lugar de la resina. Adicionalmente, pueden utilizarse los aditivos reactivos o no reactivos con el sistema de resina para modificar las propiedades (como por ejemplo la pegajosidad, el flujo de material, la hidrofobia, etc.).

**[0059]** Alternativamente, las láminas de grafito flexible de la presente invención pueden utilizar partículas de láminas de grafito flexible retrituradas, en lugar de los gusanos expandidos recientemente, como se revela en la solicitud de patente internacional nº PCT/US02/16730. 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.

**[0060]** Asimismo, los procesos de la presente invención pueden utilizar una mezcla de materiales vírgenes y materiales reciclados.

**[0061]** El material de origen 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 aún no se han impregnado con resina. Asimismo, el material de origen 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 origen también puede consistir en componentes de celda de combustible de membrana de intercambio de protones (PEM) 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.

**[0062]** Una vez que está disponible el material de origen 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 de 0.841mm (20 U.S. mesh); se prefiere más que una parte considerable (superior a aproximadamente el 20%, y más preferentemente superior a aproximadamente el 50%) no pueda atravesar un tamaño de malla de 0.177 mm (80 U.S. mesh). Idóneamente, las partículas tienen un tamaño de partícula no superior a aproximadamente una malla de 0.841mm (20 U.S. mesh). Puede ser recomendable enfriar la lámina de grafito flexible cuando está impregnada por resina en el momento de ser triturada con el fin de evitar los daños caudados por el calor al sistema de resina durante el proceso de trituración.

**[0063]** 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, por lo tanto, una mayor conductividad térmica y eléctrica en el plano.

**[0064]** Si el material de partida se ha impregnado con una resina, la resina debería ser preferiblemente eliminada de las partículas. Más adelante se proporcionan detalles de la eliminación de la resina.

**[0065]** Una vez que se ha triturado el material de origen y se ha eliminado cualquier resina, se procede a continuación a su reexpansión. Esta reexpansión puede producirse usando el proceso de intercalación y exfoliación descrito anteriormente, así como aquéllos descritos en la patente estadounidense nº 3.404.061 otorgada a Shane *et ál.* y en la patente estadounidense nº 4.895.713 otorgada a Greinke *et ál.*

**[0066]** 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 cm<sup>3</sup>/g y hasta unos 350 cm<sup>3</sup>/g o más. Por último, después de la fase de reexpansión, las partículas reexpandidas pueden comprimirse en láminas flexibles, como se describe más adelante.

**[0067]** 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.

**[0068]** 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 aproximadamente 800 °C durante un periodo comprendido entre al menos unos 10 minutos y hasta unos 150 minutos o más.

- 5 **[0069]** Adicionalmente, la fase de eliminación de resina puede tener como resultado una mayor resistencia a la tracción del artículo resultante producido a partir del proceso de moldeado, comparado con un método similar en el que la resina no se ha eliminado. La fase de eliminación de resina también puede resultar ventajosa debido a que durante la fase de expansión (es decir, la intercalación y exfoliación), cuando la resina se mezcla con los productos químicos de intercalación, puede generar productos derivados tóxicos en determinados casos.
- 10 **[0070]** 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 mencionadas 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.
- 15 **[0071]** 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 dicha resina pueda generar una reacción exotérmica inestable con el ácido.
- [0072]** Teniendo en cuenta todo lo anterior, preferentemente se elimina una mayoría de la resina. Se prefiere aún más la eliminación de una cantidad superior al 75% de la resina. Idóneamente, se elimina una cantidad superior al 99% de la resina.
- 20 **[0073]** Una vez que se ha triturado la lámina de grafito flexible, se le da la forma deseada y después se la somete a un proceso de curación (cuando está impregnada con resina) en la realización preferida. Alternativamente, se puede curar la lámina con anterioridad a su trituración, aunque se prefiere llevar a cabo el curado después de la trituración.
- [0074]** Opcionalmente, se puede usar la lámina de grafito flexible utilizada para formar la solución térmica de la invención como laminado, con o sin un adhesivo entre las capas de laminado. Se pueden incluir las capas que no sean de grafito en la pila de laminado, aunque ello puede requerir el uso de adhesivos, lo que puede presentar inconvenientes, como se ha indicado anteriormente. Estas capas que no son de grafito pueden incluir metales, plásticos u otros productos no metálicos, como por ejemplo fibra de vidrio o cerámica.
- 25 **[0075]** Como se ha indicado anteriormente, las láminas así formadas de partículas comprimidas de grafito exfoliado son de naturaleza anisotrópica; es decir, la conductividad térmica de las láminas es mayor en el plano, o direcciones "a", y no a través de la lámina, o dirección "c". De esta manera, la naturaleza anisotrópica de la lámina de grafito dirige el calor a lo largo de la dirección planar de la solución térmica (es decir, en la dirección "a" a lo largo de la lámina de grafito). Esta lámina posee generalmente una conductividad térmica en la dirección en el plano de al menos aproximadamente 140 W/m K, preferentemente de al menos aproximadamente 200 W/m K, e idóneamente de al menos aproximadamente 250 W/m K, mientras que en la dirección a través del plano la conductividad térmica no es superior a aproximadamente 12 W/m K, preferentemente no superior a aproximadamente 10 W/m K e idóneamente no superior a aproximadamente 6 W/m K. Por consiguiente, la solución térmica posee un coeficiente anisotrópico térmico (es decir, la relación entre la conductividad térmica en el plano y la conductividad térmica a través del plano) no inferior a aproximadamente 10.
- 30 **[0076]** Se pueden manipular los valores de la conductividad térmica en las direcciones en el plano y a través del plano del laminado mediante la alteración del alineamiento direccional de las capas de grafeno de las láminas de grafito flexible utilizadas para formar la solución térmica, incluidos aquellos casos en los que se utilizan para formar un laminado, o mediante la alteración del alineamiento direccional de las capas de grafeno del propio laminado después de que éste haya sido formado. De esta manera, se incrementa la conductividad térmica en el plano de la solución térmica, mientras que se disminuye la conductividad térmica a través del plano de la solución térmica, lo que produce un incremento del coeficiente anisotrópico térmico.
- 40 **[0077]** Una de las formas en que se puede conseguir esta alineación direccional de las capas de grafeno es mediante la aplicación de presión a las láminas componentes de grafito flexible, ya sea mediante el calandrado de las láminas (es decir, mediante la aplicación de fuerza tangencial) o mediante el prensado de molde o el prensado de platina recíproca (es decir, mediante la aplicación de compactación), siendo el calandrado más eficaz a la hora de producir una alineación direccional. Por ejemplo, cuando se calandran las láminas a una densidad de 1,7 g/cm<sup>3</sup>, en contraposición a 1,1 g/cm<sup>3</sup>, la conductividad térmica en el plano se incrementa desde aproximadamente 240 W/m K a aproximadamente 450 W/m K o superior, y se disminuye proporcionalmente la conductividad térmica a través del plano, incrementando de esta manera el coeficiente anisotrópico térmico de las láminas individuales y, por extensión, cualquier laminado que se forme a partir de las mismas.
- 50 **[0078]** Alternativamente, si se forma un laminado, se incrementa la alineación direccional de las capas de grafeno que

constituyen el laminado en bruto, mediante por ejemplo la aplicación de presión, teniendo como resultado una densidad mayor que la densidad de partida de las láminas componentes de grafito flexible que constituyen el laminado. De hecho, se puede obtener de esta manera una densidad final para el artículo laminado de al menos unos 1,4 g/cm<sup>3</sup>, preferentemente de al menos unos 1,6 g/cm<sup>3</sup>, y hasta un máximo de unos 2,0 g/cm<sup>3</sup>. Se puede aplicar la presión usando medios convencionales, como por ejemplo prensado de molde o calandrado. Se prefieren presiones de al menos unos 60 megapascales (MPa), y se necesitan presiones de al menos unos 550 MPa, y preferentemente de al menos unos 700 MPa, para alcanzar densidades máximas de 2,0 g/cm<sup>3</sup>.

**[0079]** Sorprendentemente, el incremento de la alineación direccional de las capas de grafeno puede incrementar la conductividad térmica en el plano del laminado de grafito a conductividades que son iguales o incluso superiores a las del cobre puro, mientras que la densidad sigue siendo una fracción de la del cobre puro. Adicionalmente, el laminado alineado resultante también exhibe una fuerza incrementada, en comparación con un laminado no "alineado".

**[0080]** Por lo que respecta a los dibujos, y en particular a la Figura 1, en la misma se muestra una realización de la solución térmica de la presente invención designada en general por el número (10). La solución térmica (10) comprende una lámina de partículas comprimidas de grafito exfoliado que posee dos superficies principales, indicadas por los números (10a y 10b). Una de las superficies principales (10a y 10b) de la solución térmica (10) tiene el tamaño apropiado para ser colocada en contacto operativo con una fuente de calor, indicada por el número (100), como por ejemplo un componente electrónico tal como un conjunto de chips de un teléfono móvil, de manera que el calor generado por la fuente de calor (100) se disipa en la solución térmica (10). El área de la superficie principal (10a y 10b) que está en contacto con la fuente de calor (100) es mayor que el área de contacto con la fuente de calor (100), por lo que la solución térmica (10) esparce el calor de la fuente de calor (100).

**[0081]** Asimismo, una de las superficies principales (10a y 10b) de la solución térmica (10) puede estar en contacto operativo con un dispositivo de disipación de calor (110), como por ejemplo un disipador de calor, un tubo de calor, una placa de calor, etc. El dispositivo de disipación de calor (110) puede entrar en contacto con la solución térmica (10) en la misma superficie principal (10a y 10b) como fuente de calor (100). Debido a la naturaleza anisotrópica de la solución térmica (10), el calor de la fuente de calor (100) se esparce al dispositivo de disipación de calor (110) para disipar así el calor generado. De esta manera, la solución térmica actúa como un difusor de calor para difundir el calor generado por la fuente de calor (100), incluida la difusión del calor al dispositivo de disipación de calor (110).

**[0082]** Sin embargo, debido a la relación anisotrópica térmica relativamente elevada de la solución térmica (10), el calor procedente de una fuente de calor (100) no se transmite eficazmente a través del plano de la solución térmica (10) desde una de las superficies principales (10a y 10b) en contacto operativo con la fuente de calor (100) a la otra. Por lo tanto, el calor no es transmitido eficazmente a otro componente dentro del dispositivo en el que se encuentra situada la fuente de calor (100) (por ejemplo, un teléfono móvil), reduciendo así la temperatura a la que está expuesto el otro componente, cuando la solución térmica (10) está ubicada entre una fuente de calor (10) y el otro componente (se reconocerá que, a menos que se utilice una solución térmica (10) en conjunción con un disipador de calor u otro dispositivo de disipación térmica, la solución térmica (10) sirve para esparcir el calor generado por la fuente de calor (100), así como para –al menos temporalmente– proteger a otro componente del calor, pero la disipación de calor será más lenta en comparación con el uso de un disipador de calor u otro dispositivo de disipación térmica).

**[0083]** En las Figuras 2a y 2b se ilustra la ubicación de una solución térmica (10) en un ordenador portátil (120) para conseguir el aspecto ventajoso del diseño de la invención. Como se puede observar en la Figura 2a, el ordenador portátil (120) puede tener, en su carcasa, una serie de componentes, entre los que figuran uno o varios componentes generadores de calor, indicados por el número (122). Asimismo, el ordenador portátil (120) puede contar con dispositivos de disipación de calor, como por ejemplo un disipador de calor (124). Debido a limitaciones de espacio, sin embargo, no siempre es posible situar el disipador de calor (124) en una posición adyacente a los componentes generadores de calor (122).

**[0084]** No obstante, en la Figura 2b se coloca una solución térmica (10) en el ordenador portátil (120) con el fin de revestir el componente generador de calor (122) y el disipador de calor (124). De esta forma, el calor puede ahora fluir desde los componentes generadores de calor (122) al disipador de calor (124) para su disipación. Por otra parte, debido a la conductividad térmica a través del plano relativamente baja de la solución térmica (10), el calor no fluye a través de una solución térmica (10) eficazmente, evitando el sobrecalentamiento del entorno protegido por la solución térmica (10). Esto no sería posible si se utilizara un material más isotrópico, como por ejemplo el cobre o el aluminio.

**[0085]** Por otra parte, debido a la naturaleza flexible de la solución térmica (10), la solución térmica (10) puede seguir los contornos de los componentes del teléfono móvil (120), como se ilustra en la Figura 2b, y por lo tanto no requiere mucho espacio adicional. Una vez más, no se podría hacer lo mismo fácilmente con un material más rígido, como por ejemplo el cobre o el aluminio.

**[0086]** En la Figura 4 se ilustra la ubicación de una solución térmica (10) en un teléfono móvil (130) para conseguir el

aspecto ventajoso del diseño de la invención. Como se puede observar en la Figura 4, el teléfono móvil (130) puede tener, en su carcasa, una serie de componentes, entre los que figuran uno o varios componentes generadores de calor, indicados por el número (132). Asimismo, el teléfono móvil (130) puede tener dispositivos para la disipación de calor, como por ejemplo un disipador de calor (no mostrado). Sin embargo, debido a limitaciones de espacio, no siempre es posible colocar un disipador de calor en una posición adyacente a los componentes generadores de calor (122).

**[0087]** La solución térmica (10) se ubica en el teléfono móvil (130) en cualquiera de una variedad de posiciones con el fin de revestir los componentes generadores de calor (122) y, cuando se encuentra presente, un disipador de calor (124). Por consiguiente, el calor puede entonces fluir desde el componente generador de calor (122) al disipador de calor (124) para su disipación. Asimismo, debido a la conductividad térmica a través del plano relativamente baja de la solución térmica (10), el calor no fluye a través de la solución térmica (10) de manera eficaz, evitando así el sobrecalentamiento del entorno protegido por la solución térmica (10). Esto no sería posible si se utilizara un material más isotrópico, como por ejemplo el cobre o el aluminio.

**[0088]** Asimismo, una solución térmica (10) puede impedir la formación de puntos calientes en la carcasa exterior (133) de un teléfono móvil (130), que podrían resultar incómodos para el usuario, y también protege los componentes sensibles a la temperatura (indicados por el número (134)) de un teléfono móvil (130) del calor generado por la fuente de calor (122). Adicionalmente, la solución térmica (10) puede colocarse entre la fuente de calor (122) y el teclado (135) del teléfono móvil (130) para proteger el teclado (135) del calor generado por la fuente de calor (122). De hecho, la solución térmica puede ser laminada con un material reflectante (136), como por ejemplo el material que vende comercialmente Toray Luminor de Japón, ubicándose el material reflectante (136) entre la solución térmica (10) y el teclado (135) con el fin de aumentar la reflectancia del teclado (135).

**[0089]** Uno de los componentes sensibles al calor en un teléfono móvil (130) puede ser la batería (126). Al colocar la solución térmica (10) entre un componente generador de calor (122) y la batería (126), la solución térmica (10) puede proteger a la batería (126) del calor generado por el componente (122), así como puede encargarse de la difusión de calor a través de la superficie de la batería (126), reduciendo así los puntos calientes en la batería (126) que pueden tener efectos nocivos.

**[0090]** Si así se desea, se puede aplicar un revestimiento protector (20) a una solución térmica (10), como se ilustra en la Figura 3, para mejorar la manejabilidad y robustez mecánica de la solución térmica (10) y para prevenir la posibilidad de descamación de partículas de grafito, o de separación de cualquier otra forma, de la solución térmica (10). El revestimiento protector (20) también aísla de manera ventajosa y eficaz a la solución térmica (10) con el fin de evitar interferencias eléctricas generadas por la inclusión de un material conductor de electricidad (grafito) en un dispositivo electrónico. Además, el uso de un revestimiento protector (20) con una conductividad térmica relativamente baja aumentará el efecto de protección contra el calor de la solución térmica (10).

**[0091]** El revestimiento protector (20) puede comprender cualquier material adecuado que resulte suficiente para evitar la descamación del material de grafito y/o aislar eléctricamente el grafito, como por ejemplo un material termoplástico como el polietileno, un poliéster o una poliamida.

**[0092]** Se puede fabricar la solución térmica (10) con un revestimiento protector (20) mediante diferentes procesos. Por ejemplo, una vez que la lámina de grafito flexible se corta para que tenga el tamaño y forma apropiados para formar la solución térmica (10), el material a partir del cual se forma el revestimiento protector (20) puede ser recubierto por la solución térmica individual (10) con el fin de formar un límite protector de descamación alrededor de la solución térmica (10), como se ilustra en la Figura 3. A tal fin, puede aplicarse el revestimiento protector (20) mediante diversos métodos de recubrimiento que serán familiares para los expertos en este campo, como por ejemplo el revestimiento por pulverización, el revestimiento mediante rodillos y las prensas de laminación en caliente. También puede aplicarse el revestimiento protector (20) mediante el mapeado mecánico y la laminación.

**[0093]** En general, el proceso de recubrimiento adhiere un revestimiento protector (20) a la solución térmica (10) con una fuerza suficiente para la mayoría de las aplicaciones. Sin embargo, si así se desea, o para revestimientos protectores (20) relativamente no adhesivos, como por ejemplo materiales de poliéster Mylar® y materiales de poliamida Kapton (ambos distribuidos comercialmente por E.I. du Pont de Nemours and Company de Wilmington, Delaware, Estados Unidos de América), se puede aplicar una capa de adhesivo entre la solución térmica (10) y el revestimiento protector (20). Los adhesivos adecuados son aquellos que pueden facilitar la adhesión del revestimiento protector (20) a la solución térmica, como por ejemplo los adhesivos de acrílico o látex.

**[0094]** En otra realización, como también se ilustra en la Figura 3, se puede interponer un material (130) entre la fuente de calor (100) y la solución térmica (10) para mejorar la manejabilidad y robustez mecánica de la solución térmica (10) y para facilitar la transferencia térmica entre la fuente de calor (100) y la solución térmica (10). Uno de estos materiales es un metal

como el cobre o el aluminio. También se pueden utilizar otros materiales de interfaz térmica, como por ejemplo los que se revelan en la Solicitud de Patente Internacional nº PCT/US02/40238.

5 **[0095]** Por consiguiente, el uso de la presente invención permite lograr una protección térmica y una difusión térmica del calor generado por los componentes de un dispositivo electrónico con el fin de disipar el calor y reducir el calor transmitido a los componentes adyacentes. Estas funciones no pueden ser llevadas a cabo por materiales más tradicionales en la disipación de calor, como el cobre o el aluminio, ya que por su naturaleza isotrópica apenas podrían reducir la temperatura al tacto o el calor transmitido a los componentes adyacentes. Los materiales aislantes que se podrían utilizar para reducir la temperatura al tacto y el calor transmitido a los componentes adyacentes no disiparían el calor y producirían una acumulación de calor alrededor de los componentes de la fuente de calor.

10 **[0096]** Todas las patentes, solicitudes de patentes y publicaciones de patentes mencionadas en esta solicitud se incorporan como referencia.

15 **[0097]** Es evidente que la invención descrita anteriormente podrá ser objeto de un gran número de modificaciones. Estas variaciones no serán consideradas una desviación del espíritu y ámbito de la presente invención, y se sobreentenderá que se incluyen en el ámbito de las siguientes reivindicaciones cualesquiera modificaciones que resulten obvias para un experto en el campo de la invención.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un sistema de disipación térmica y protección térmica para un dispositivo electrónico, en particular un teléfono móvil, que comprende:
- un dispositivo electrónico que comprende:
- un primer componente (122) que comprende una fuente de calor;
- 10 un segundo componente adyacente (126, 134 y 135); y
- una solución térmica (10) que comprende dos superficies principales (10a y 10b), estando ubicada la solución térmica (10) de tal manera que queda interpuesta entre el primer componente (122) y el segundo componente adyacente, y en el que la solución térmica (10) sirve para disipar o esparcir el calor desde la fuente de calor y proteger al segundo componente adyacente del calor generado por el primer componente (122);
- 15 en el que la solución térmica (10) comprende al menos una lámina de partículas comprimidas de grafito exfoliado que poseen una conductividad térmica en el plano de al menos 140 W/m K, siendo la conductividad térmica en el plano de al menos una lámina de partículas comprimidas de grafito exfoliado mayor que su conductividad térmica a través del plano, y además en el que el área de superficie de una de las superficies principales (10a y 10b) de la solución térmica (10) es mayor que el área de superficie del primer componente (122).
- 20 2. El sistema de la reivindicación 1, en el que la solución térmica también comprende un revestimiento protector (20) con una conductividad térmica inferior a la conductividad térmica a través del plano de al menos una lámina de partículas comprimidas de grafito exfoliado.
- 25 3. El sistema de la reivindicación 1, en el que la solución térmica también comprende un material de transferencia térmica (130) ubicado de tal forma que queda interpuesto entre al menos una lámina de partículas comprimidas de grafito exfoliado y el primer componente (122).
4. El sistema de la reivindicación 3, en el que el material de transferencia térmica comprende un metal o un material de interfaz térmica.
- 30 5. El sistema de la reivindicación 4, en el que el material de interfaz térmica comprende un adhesivo.
6. El sistema de la reivindicación 1, en el que el dispositivo electrónico es un teléfono móvil y el primer componente comprende el amplificador de potencia o procesador de señales digitales del teléfono móvil.
- 35 7. El sistema de la reivindicación 1, en el que el dispositivo electrónico es un teléfono móvil y el primer componente o el segundo componente adyacente comprenden la batería del teléfono móvil.
8. El sistema de la reivindicación 1, en el que el dispositivo electrónico es un teléfono móvil y el segundo componente adyacente comprende el teclado del teléfono móvil.
- 40 9. El sistema de la reivindicación 8, en el que se coloca un material reflectante entre la solución térmica (10) y el teclado del teléfono móvil.
- 45 10. El sistema de la reivindicación 1, en el que el dispositivo electrónico es un teléfono móvil y el segundo componente adyacente comprende la carcasa del teléfono móvil.
11. El sistema de la reivindicación 1, en el que el dispositivo electrónico es un teléfono móvil y el segundo componente adyacente comprende la pantalla del teléfono móvil.
- 50 12. El sistema de la reivindicación 11, en el que la pantalla es una pantalla de cristal líquido.
13. El sistema de la reivindicación 1, en el que el dispositivo electrónico es un teléfono móvil y la solución térmica (10) forma parte integral de un circuito impreso del teléfono móvil.
- 55 14. El sistema de la reivindicación 1, en el que la solución térmica posee una conductividad térmica a través del plano no superior a aproximadamente 12 W/m K.

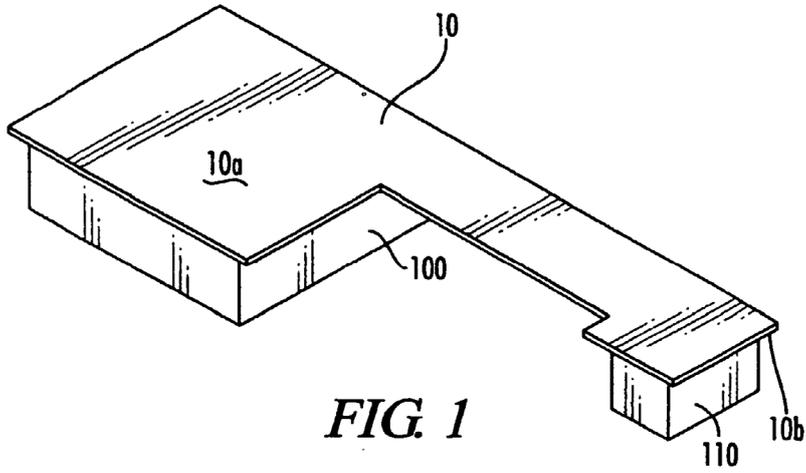


FIG. 1

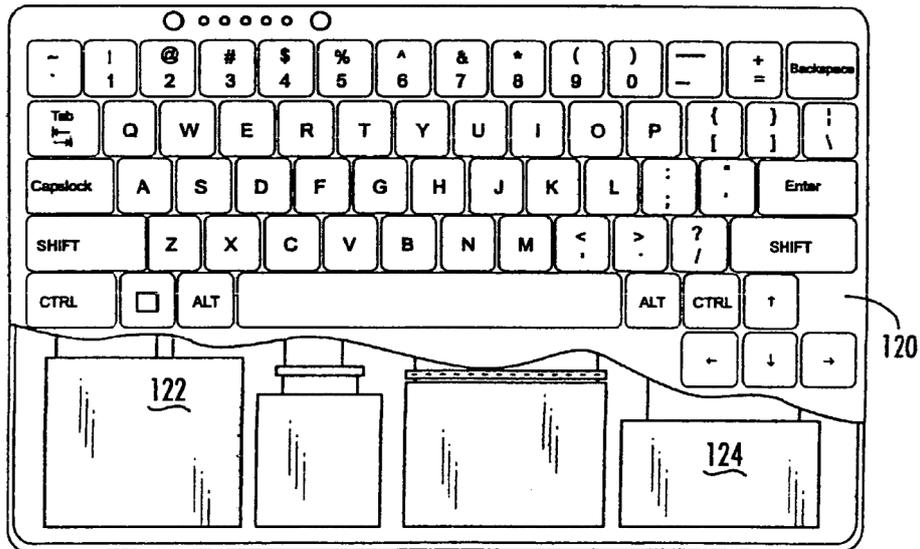
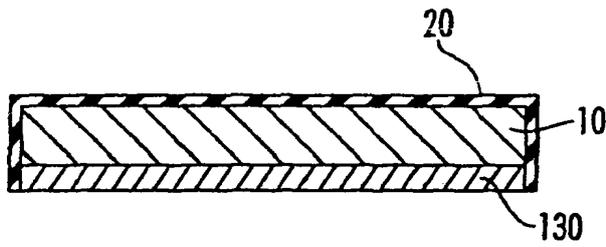
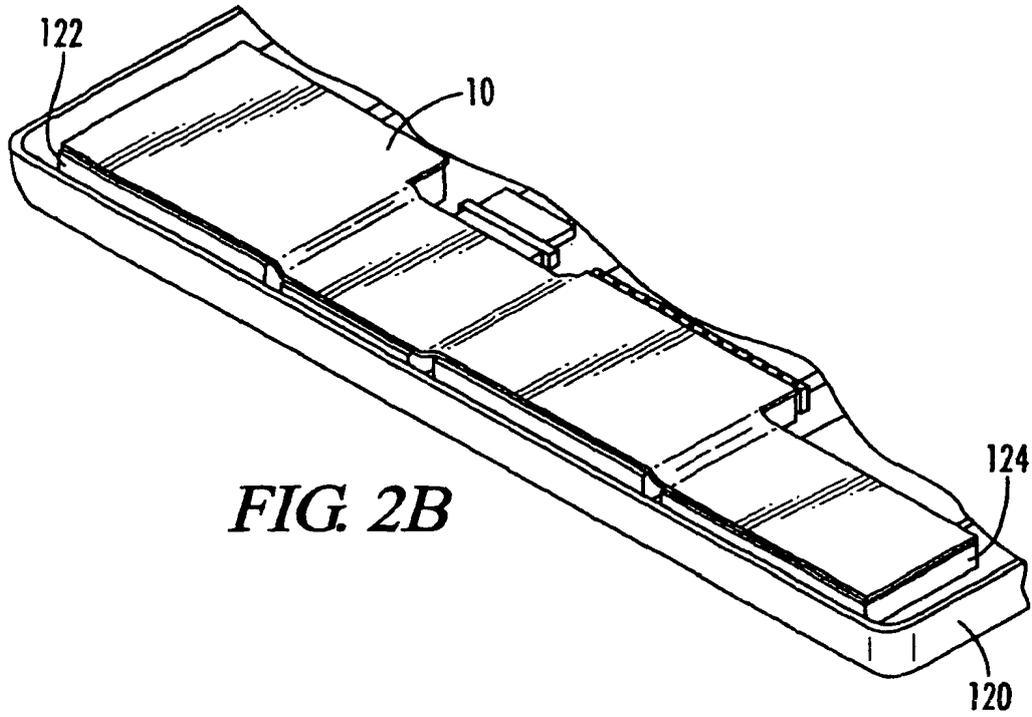
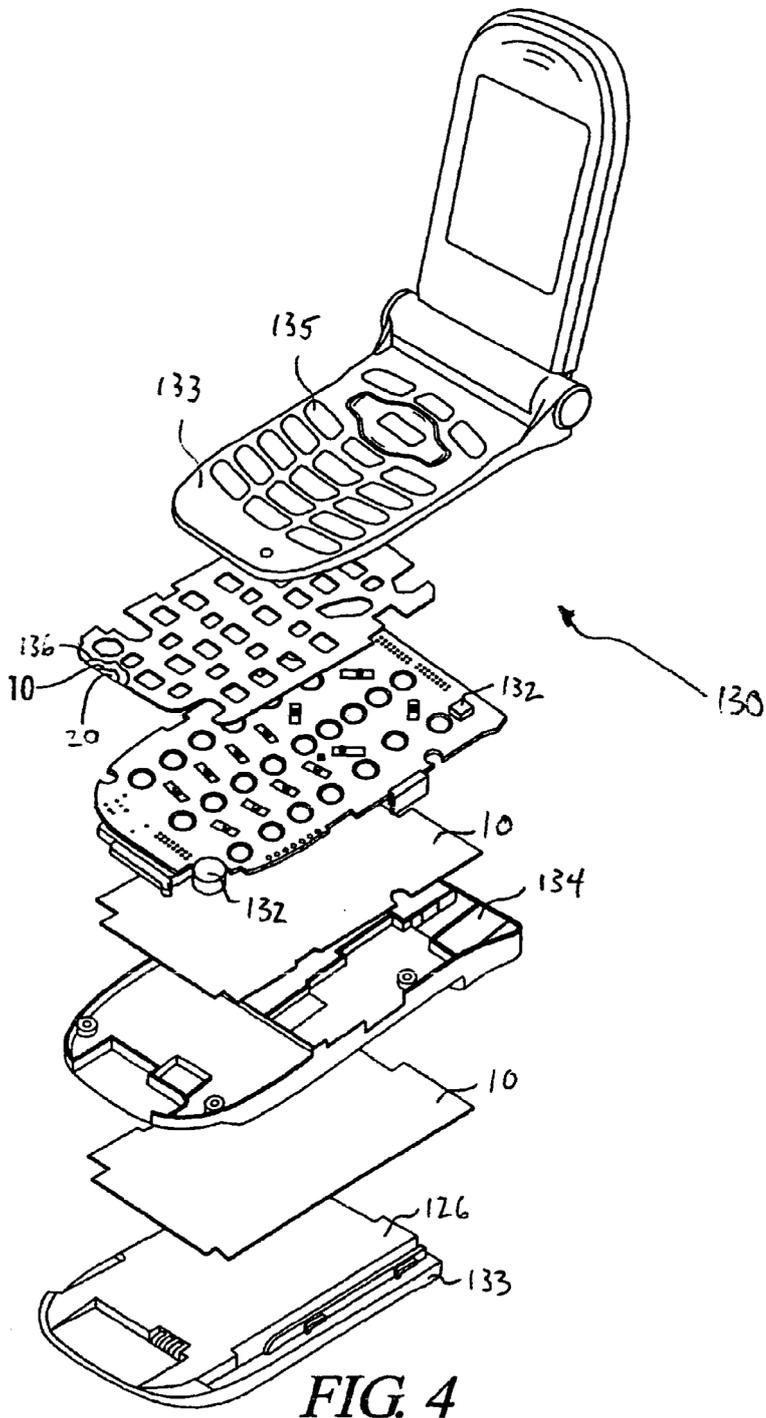


FIG. 2A





**FIG. 4**