

## FABRICACIÓN DE UN NANOCOMPUESTO DE MATRIZ POLIMÉRICA USADO COMO MATERIAL DE INTERFASE TÉRMICA

Jorge M. Patiño A<sup>1\*</sup>

1: Ingeniero de Materiales Universidad de Antioquia; CEO en MASERTIVOS; Talento Red TecnoParque Colombia – Sena Nodo Medellín, Colombia

\* Contacto: jmpatino@masertivos.co

### RESUMEN

La computación requiere de materiales de interfase térmica (MIT) desde que los procesadores empezaron a reducirse de tamaño y a exigirse con cálculos cada vez mayores para lograr una evacuación eficiente del calor. El primer gran paso al fabricar el nanomaterial (grafeno), por medio de exfoliación de grafeno y reducción de grafeno, representará un gran aporte a la investigación en el país. Una vez sintetizado el grafeno, se caracterizó por medio de espectroscopía RAMAN y microscopía de fuerza atómica (AFM). Luego se desarrolló un compostaje de nanoestructura multicapa con el grafeno en una matriz polimérica (silicona) y otros refuerzos cerámicos, con la finalidad de llevarlo a las aplicaciones comerciales mencionadas. Esto hace a Colombia más competitiva en el desarrollo de nuevos materiales a escala nanométrica.

**Palabras clave:** *Grafeno, Nanomateriales, Nanotecnología, Nanocompuesto, Material de Interfase Térmica, Colombia.*

### ABSTRACT

Since microchips started to shrink in size as required with increased calculations; the computing operations that use them, demands thermal interface materials (TIM) to obtain an efficient heat evacuation. The first big step manufacturing nanomaterial (graphene), by graphene exfoliation and graphene reduction, represents a great contribution to the country's research. Graphene was characterized by RAMAN spectroscopy and AFM, once synthesized; then has been developed a composite of multilayer nanostructure with graphene in a polymeric matrix (silicone) and other ceramic reinforcements in order to carry commercial applications above mentioned. This makes Colombia a more competitive country in new nanometric scale material development.

**Keywords:** *Graphene, Nanomaterials, Nanotechnology, Nanocomposite, Thermal Interface Material, Colombia*

### 1 INTRODUCCIÓN

Desde un tiempo para acá el desarrollo en los materiales se ha realizado partiendo desde la escala nanométrica hasta llegar a los materiales masivos a escalas de referencia, visibles y manipulables por las personas, con el fin de apoyarlas en sus labores cotidianas, no importa cuáles sean. Por consiguiente, para estar a la vanguardia del desarrollo de materiales de la más alta calidad, con

propiedades únicas y mejoradas, diseñadas para realizar tareas nuevas o existentes, se ha volcado el conocimiento actual hacia el desarrollo y aplicación de los nanomateriales.

Actualmente, incluir el grafeno en una matriz polimérica con aplicaciones específicas en computación y para fines comerciales, marca el inicio del desarrollo de una nueva clase de nanocompuestos de fabricación masiva con aplicaciones que permitirán realizar tareas que antes no eran posibles, aumentando eficiencia, disminuyendo tamaño, al igual que el consumo de recursos [1]. El primer gran paso al haber fabricado el nanomaterial (grafeno) genera un aporte inmenso a la investigación del país, ya que solo las potencias en investigación han reportado la síntesis de este nanomaterial a septiembre de 2012\*. Igualmente, se han destacado Estados Unidos y España como países productores a gran escala, pero solo para fines investigativos, mas no aplicativos [2]; ahora en 2013 entra China como fabricante masivo†. Como segundo paso, realizar el compostaje para llevar este nanomaterial a aplicaciones comerciales en un MIT, se ha convertido en un proceso pionero en el país y posiblemente en Latinoamérica cuando se lance al mercado.



**Figura 1.** Ensamble típico de una unidad de procesamiento principal.

El desarrollo de los MIT se incrementó al momento en que los microprocesadores empezaron a reducirse de tamaño y a exigirse con cálculos muy grandes, y ante la aparición de la microcomputadora, que por su tamaño cada vez menor o por la necesidad de llevarla a todas partes exigía una forma muy eficiente de extracción de calor, para evitar futuras fallas. Es allí cuando los MIT aplicados mejoran el contacto de la unidad de procesamiento con el disipador de calor (fig. 1), llenando los espacios antes ocupados por aire y permitiendo una ostensible mejora en la evacuación de calor [3][4].

## 2 MATERIALES Y MÉTODOS

### 2.1 Síntesis de Grafeno

Para el presente estudio se seleccionaron dos técnicas para la obtención del grafeno de pocas capas o FLG por sus siglas en inglés. La primera es la técnica por deposición química de vapor (CVD) [5][6][7][8][9], la cual se realizó en un horno de atmósfera controlada a escala de laboratorio. Esta técnica se ha descartado desde los inicios, por ser de un alto costo y muy poca

\* Basado en la vigilancia tecnológica hecha por MAsertivos hasta septiembre de 2012.

† En uno de los portales chinos de comercio en línea más populares, se puede comprar grafeno en polvo desde 2 US\$ el gramo.

eficiencia, pero que puede producir grafeno de monocapa en gran proporción. La segunda técnica seleccionada fue por vía química húmeda [5][10][11][12][13][14]. Con un método nuevo y totalmente diferente a los reportados en las referencias.

Para la caracterización del Grafeno se usó Espectrómetro RAMAN Modelo LabRAM HR de alta resolución, con láser He/Ne de 633 nm. Se depositó una gota de solución con grafeno en un sustrato y luego se evaporó el solvente; una vez allí, se observaron los lugares seleccionados donde se preveía que se encontraba el grafeno. Para la visualización se usó Microscopía de Fuerza Atómica con un equipo Nanosurf Easyscan AFM y detector Nanosurf FlexAFM; se hizo un escaneo de la superficie del grafeno depositado, con una punta de contacto en aire como medio de análisis.

## 2.2 Compostaje

Para la fabricación del nanocompuesto de matriz polimérica se usó silicona líquida, cargas y el respectivo FLG. Se mezclaron los ingredientes uno a uno en un recipiente de vidrio con agitación magnética a temperatura ambiente (fig. 2), haciendo primero la mezcla polímero grafeno [5][14] con el método de multicapa nanoestructurada [14]. Luego se procedió aparte a adicionar los óxidos con agitación mecánica para así lograr una homogeneidad apropiada en la pasta para que tenga la consistencia de aplicación que requieren los MIT. Por último se agregó, bajo el mismo tipo de agitación, el agente reticulante del polímero.



**Figura 2.** Agitación magnética del polímero con el FLG (izq.)

**Figura 3.** Muestra del Nanomaterial de Interfase Térmica (NIT) (medio).

**Figura 4.** Aplicación del MIT a la CPU de un computador de escritorio (der.)

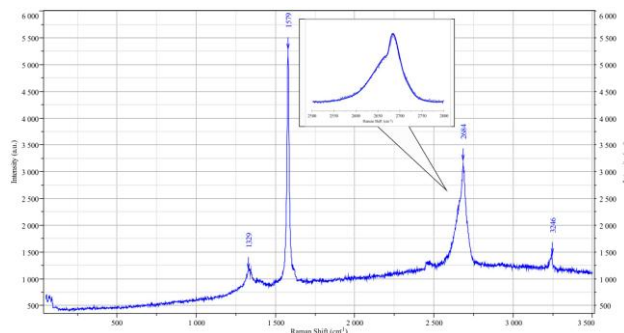
## 2.3 Pruebas de desempeño del MIT

Una vez se tiene fabricada la pasta térmica a base de polímero de silicona (fig. 3), se hizo la aplicación en la interfase del chip procesador central y el disipador de calor de un computador de escritorio de alto desempeño (fig. 4). Allí, con el uso de un software especializado AIDA64 se ejecutaron análisis de la variación de la temperatura en el tiempo mientras se exigió el procesador al tope de su capacidad de cálculo. El MIT debe impedir que la temperatura del procesador supere los 90 – 100+° C evacuando rápidamente el calor, ya que a este intervalo de temperatura los transistores que contiene la unidad de procesamiento dejan de trabajar adecuadamente.

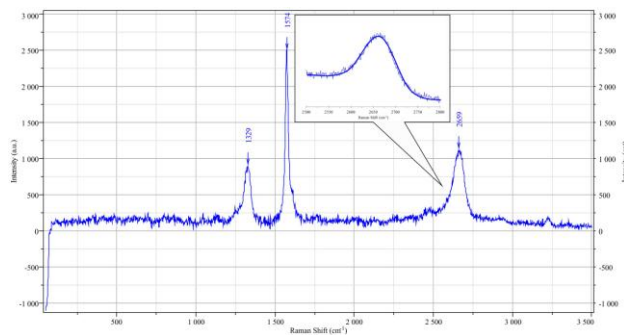
Una vez está corriendo el análisis se hacen tomas de las estadísticas de la temperatura durante la prueba y tomas a los picos de temperatura. Como punto de comparación se corrió una prueba en condiciones similares usando como MIT el producto estándar del mercado “Thermal Grease”.

### 3 HACIENDO VISIBLE EL GRAFENO

Una vez sintetizado el grafeno por métodos de química húmeda, y puesto sobre los sustratos seleccionados, se procedió a la verificación de la existencia del grafeno mediante análisis micro-RAMAN en diferentes puntos del sustrato. Los resultados obtenidos se observan en las figs. 5 y 6. Allí se pueden ver todas las especies encontradas en el producto de la síntesis. En la fig. 5 se detectaron los 3 picos típicos de grafito (a  $1329$ ,  $1579$  y  $2684$   $\text{cm}^{-1}$ ), con las diferencias de intensidad características de éste, pero con unos corrimientos adicionales en  $3246$   $\text{cm}^{-1}$  y cerca a los  $2500$   $\text{cm}^{-1}$ , que indica la reacción química de reducción en los límites de las capas [13]. Por el ancho y la forma del pico de  $2684$   $\text{cm}^{-1}$  (inserto fig. 5), se dedujo que hay 5 o más capas [12][13]; adicionalmente la poca intensidad del pico a  $1329$  dice que los bordes son de tipo zigzag. Seguidamente en la fig. 6, se vio el espectro típico de las láminas de grafeno (FLG) que tienen entre 1 y 2 capas de grafeno con sus picos a  $1329$ ,  $1574$  y  $2659$   $\text{cm}^{-1}$ , además el pico pequeño alrededor de los  $1620$   $\text{cm}^{-1}$  y la forma y ancho del pico de  $2659$   $\text{cm}^{-1}$  (inserto fig. 6) característico de 1 capa de grafeno; adicionalmente por la intensidad del pico a  $1329$   $\text{cm}^{-1}$ , se dedujo que el tipo de borde es de sillón [13]. Con esto quedó analíticamente comprobada la existencia del grafeno.

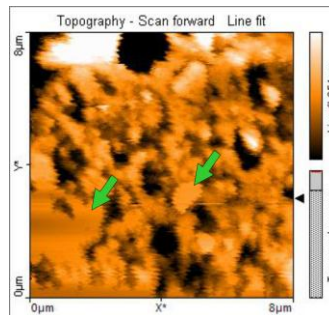


**Figura 5.** Espectro Raman del FLG-RG con pocos defectos de borde



**Figura 6.** Espectro Raman del grafeno de menos capas encontrado

Por otro lado, para poder visualizar apropiadamente las láminas de grafeno, fue necesario realizar la representación digital que puede hacer el AFM de la muestra depositada en la placa de cobre. Esto lo podemos observar en la figura 7, a continuación.



**Figura 7.** Imagen AFM topográfica donde se señala el grafeno de pocas capas (FLG).

#### 4 PONIENDO A PRUEBA EL NANOCOMPUESTO

Se procedió entonces a evaluar el desempeño del NIT, aplicándolo en la computadora que anteriormente se mencionó. El cual mostró una mayor cantidad de picos a baja temperatura, logrando un promedio de 64.8° C (tabla 1). Luego para comparar, se hizo una prueba en parámetros y condiciones ambientales similares con un MIT estándar. Una vez aplicado el MIT o Thermal Grease, se procedió a realizar la prueba de desempeño, de donde se obtuvieron unos picos menos pronunciados pero a mayor temperatura promedio (74.4° C, ver tabla 1).

**Tabla 1.** Resultados de la prueba de temperatura en un CPU de alto desempeño.

Prueba*	T Inicial	T Máxima	T Promedio
CPU con "Thermal Grease"	47	84	<b>74.4</b>
CPU con "NIT"	49	89	<b>64.8</b>

\*Duración: 10 min. c/u.

T=Temperatura (°C);

#### 5 CONCLUSIONES

Al presentarse el reto de fabricar un MIT que tuviese mejor desempeño de los existentes, aprovechando las ventajas de los nanomateriales, se vio la oportunidad de crear una nueva forma de sintetizar grafeno, la cual, dio resultados satisfactorios. Adicionalmente se deja un trabajo adelantado e importante para patentar dicho proceso nuevo y sus derivados. Con las técnicas de análisis como la Espectroscopía RAMAN se determinaron muchos detalles de la estructura del material en estudio, tales como variaciones cristalográficas, reacciones colaterales y calidad del material analizado; lo que confirma el apalancamiento tan grande que han tenido éstas y otras técnicas de caracterización en el desarrollo de los nanomateriales y la nanotecnología [15][16]. La tarea del compuesto NIT para mejorar la temperatura de trabajo de un computador de escritorio de alto rendimiento ha sido exitosa, ya que ha alcanzado un 11.5% menos en promedio de temperatura durante la prueba que la Thermal Grease. Cabe anotar que el NIT con este promedio por debajo confirma la capacidad de transmitir la temperatura mucho más rápido gracias al uso del grafeno. También es de anotar que ésta baja en temperatura puede repercutir en disminución del consumo energético, y un incremento de la duración y desempeño del CPU. Esto se mostrará en otros estudios, además de las variaciones en el compuesto, ya que se deben

optimizar las cantidades de los ingredientes y la calidad del grafeno para alcanzar por lo menos una mejora del 25%.

## **6 AGRADECIMIENTOS**

A TecnoParque SENA Nodo Medellín. Al equipo de trabajo en MAsertivos, especialmente a Alejandro Patiño. Al CIDEMAT y CIENMAT de la Universidad de Antioquia. A las empresas aliadas como RUTECH S.A.S., entre otras. A la familia del autor.

## **7 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. Balandin, A.A. y Shahil, K., “Thermal Properties of Graphene and Multilayer Graphene: Applications in Thermal Interface Materials”, *Solid State Communications*, n° 152, pp. 1331 - 1340, 25 Abril 2012.
2. Guerrero, T.E., “Grafeno, el material del futuro”, [ElMundo.es], Unidad Editorial Información General S.L.U., Madrid, 15 Abril 2012, <http://www.elmundo.es/elmundo/2012/04/13/nanotecnologia/1334331314.html>.
3. Mahajan, R.; Phraser, R. y Chiun, C., “Thermal Interface Materials: A Brief Review of Design Characteristics and Materials”, *Electronics Cooling*, vol. 1, pp. 52 - 58, Septiembre 2004.
4. Sarvar, F.; et al., “Thermal Interface Materials - A Review of the State of the Art”, de *Electronics System Integration Technology Conference*, Dresden, 2006.
5. Choi, W. y Lee, J.-w., “Graphene Synthesis and Applications”, Boca Raton, FL: CRC Press, 2012, p. 360.
6. Avouris, P. y Dimitrakopoulos, C., “Graphene: Synthesis and Applications”, *Materials Today*, vol. 15, n° 3, pp. 86-97, Marzo 2012.
7. Huang, X.; Yin, Z.; et al., “Graphene-Based Materials: Synthesis, Characterization, Properties, and Applications”, *Small*, vol. 7, n° 14, pp. 1876-1902, Julio 2011.
8. Vlassioux, I., “Large Scale Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition of Graphene”, *Carbon*, vol. 54, pp. 58 - 67, 2013.
9. Xuesong, L., “Large Area Synthesis of High-Quality and Uniform Graphene Films on Copper Foils”, *Science*, vol. 324, pp. 1312 - 1314, 2009.
10. Marcano, D. y Kosynkin, D., “Improved Synthesis of Graphene Oxide”, *ACS Nano*, vol. 4, n° 8, pp. 4806 - 4814, 12 Julio 2010.
11. Meng, L. y Park, S., “Preparation and Characterization of Reduced Graphene Nanosheets via Pre-Exfoliation of Graphite Flakes”, *Bulletin of Korean Chemistry Society*, vol. 33, n° 1, pp. 209-214, 18 Julio 2011.

12. Hernandez, Y., et. al, “High-yield Production of Graphene by Liquid-phase Exfoliation of Graphite”, Nature Nanotechnology, vol. 3, pp. 563 - 568, Septiembre 2008.
13. Weiss, N.; Zhou, H.; Liao, L.; Liu, Y.; Jiang, S.; Haung, Y. y Duan, X., “Graphene: An Emerging Electronic Material”, Advanced Materials, vol. 24, pp. 5782-5825, 2012.
14. Potts, J.; Dreyer, D.; Bielawski, C. y Ruoff, R., “Graphene Based Polymer Nanocomposites” Polymer, vol. 52, pp. 5 - 25, 2011.
15. Monguillo, J. F., Nanotechnology 101, Westport, CT: Greenwood Publ Group, Inc., 2007.
16. U.S. National Nanotechnology Initiative, “www.nano.gov”, [En línea], 2 Febrero 2013. <http://www.nano.gov/nanotech-101/what/definition>.