

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 052**

51 Int. Cl.:

C08K 3/34

(2006.01)

C01B 33/44

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04749234 .3**

96 Fecha de presentación: **14.07.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1773926**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.04.2007**

54 Título: **Nanocompuestos y procedimiento para su producción**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.05.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.05.2012

73 Titular/es:
**AGENCY FOR SCIENCE, TECHNOLOGY AND
RESEARCH
20 BIOPOLIS WAY, NO. 07-01 CENTROS
SINGAPORE 138668, SG**

72 Inventor/es:
**WANG, Ke;
WU, Jingshen;
CHEN, Ling y
HE, Chaobin**

74 Agente/Representante:
Arias Sanz, Juan

ES 2 381 052 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

Nanocompuestos y procedimiento para su producción.

Campo de la invención

Esta invención se refiere a nanocompuestos y a un procedimiento para su producción.

5 Antecedentes de la invención y técnica anterior

Uno de los principales problemas que impiden la fabricación de nanocompuestos de polímero/arcilla a gran escala es la dificultad para alcanzar un alto grado de dispersión uniforme y exfoliación de la arcilla en sistemas de polímero/arcilla para formar una nanoestructura verdadera. El alto rendimiento anticipado de los nanocompuestos de polímero/arcilla, tales como alta resistencia y módulo, buenas propiedades de barrera, retardante de la llama y resistencia a las rayaduras se cree que son los resultados directos de la razón de aspecto ultraalta así como del área superficial extremadamente grande de la nanoarcilla exfoliada. Sin la exfoliación de la arcilla requerida, se ha mostrado que las mejoras de las propiedades de añadir nanoarcilla en una matriz de polímero rígida son muy limitadas y en algunos casos se ha notificado un impacto negativo.

La arcilla virgen es un material de partida preferido. Sin embargo, la superficie de la arcilla virgen es hidrófila y no compatible con la mayoría de polímeros. Para superar este problema, se usan ampliamente modificadores orgánicos para modificar la superficie de la arcilla y mejorar el grado de exfoliación. La arcilla modificada que se conoce comúnmente como "organoarcilla", a menudo contiene una cantidad considerable de modificador orgánico. En consecuencia, el precio de la organoarcilla es alto y además modificadores de bajo peso molecular residuales permanecen en el nanocompuesto, lo que puede provocar el deterioro del rendimiento térmico y mecánico del producto.

Esta invención proporciona un enfoque novedoso para la preparación de nanocompuestos y nanocompuestos así obtenidos.

Sumario de la invención

Según la invención, se proporciona un procedimiento de formación de un nanocompuesto que comprende:

- 25 tratar arcilla virgen con agua para formar una arcilla hinchada;
- intercalar dicha arcilla hinchada con un disolvente orgánico para formar una arcilla hinchada intercalada con disolvente orgánico intercambiando dicha agua con dicho disolvente orgánico mientras que se mantiene dicha arcilla hinchada en un estado hinchado con dicho disolvente;
- tratar dicha arcilla hinchada intercalada con disolvente orgánico con un modificador; y,
- 30 mezclar dicha arcilla hinchada intercalada con disolvente orgánico así modificada con un material de matriz que comprende un monómero, oligómero, polímero o cualquier combinación de los mismos para formar una mezcla de nanocompuestos y, si se requiere, polimerizar dicho material de matriz.

Breve descripción de los dibujos

35 La figura 1 muestra una micrografía óptica de una superficie pulida de nanocompuestos de resina epoxídica DER332/organoarcilla (resina epoxídica/Cloisite 93A) (contenido en arcilla del 2,5% en peso), de la técnica anterior. (Barra de escala: derecha: 50 μm)

La figura 2 muestra una micrografía óptica de una superficie pulida de nanocompuestos de resina epoxídica DER332/arcilla virgen (contenido en arcilla del 2,5% en peso), según la presente invención. (Barra de escala: derecha: 50 μm)

40 La figura 3 muestra una micrografía de MET de los nanocompuestos de resina epoxídica DER332/organoarcilla (resina epoxídica/Cloisite 93A) (contenido en arcilla del 2,5% en peso) de la misma técnica anterior mostrados en la figura 1.

La figura 4 muestra una micrografía de MET de nanocompuestos de resina epoxídica DER332/arcilla (contenido en arcilla del 2,5% en peso) preparados con la técnica de la presente invención.

45 La figura 5 muestra las propiedades mecánicas de nanocompuestos de resina epoxídica DER332/arcilla de la invención usando el módulo de Young.

La figura 6 muestra las propiedades mecánicas de nanocompuestos de resina epoxídica DER332/arcilla de la invención usando la resistencia a la fractura.

La figura 7 muestra la comparación del módulo de Young de los nanocompuestos de la invención preparados con un

método diferente. (Ref.: Becker, Cheng, Varley, Simon, *Macromolecules*, 2003, 36, 1616-1625). Se curó la ref. A a 100°C 2 h, 130°C 1 h, 160°C 12 h, 200°C 2 h. Se curó la ref. B a 160°C 12 h, 200°C 2 h.

La figura 8 muestra la comparación de la resistencia a la fractura de los nanocompuestos de la invención preparados con un método diferente. (Ref.: Becker, Cheng, Varley, Simon, *Macromolecules*, 2003, 36, 1616-1625). Se curó la ref. A a 100°C 2 h, 130°C 1 h, 160°C 12 h, 200°C 2 h. Se curó la ref. B a 160°C 12 h, 200°C 2 h.

La figura 9 muestra el módulo de almacenamiento, E' frente a la temperatura para nanocompuestos de resina epoxídica pura, de resina epoxídica DER332/arcilla de la invención y el de un nanocompuesto de resina epoxídica DER332/organoarcilla (resina epoxídica/Cloisite 93A) de la técnica anterior.

La figura 10 muestra la $\tan \delta$ frente a la temperatura para nanocompuestos de resina epoxídica DER332/arcilla de la invención y la de un nanocompuesto de resina epoxídica DER332/organoarcilla (resina epoxídica/Cloisite 93A). En las figuras 9 y 10, la curva a es resina epoxídica pura, las curvas b, c, d y e son el 1,0, 2,5, 3,5 y 5,0% en peso de arcilla respectivamente. La curva f contiene el 5,0% en peso de Cloisite 93A.

La figura 11 muestra la transmitancia de luz de nanocompuestos según la invención a diversas concentraciones de arcilla. Las curvas a, b, c y d están al 1,0, 2,5, 3,5 y 5,0% en peso de arcilla respectivamente.

La figura 12 muestra una comparación de la transmitancia de luz según el enfoque de la técnica anterior. (Ref.: Deng, *et al.*, *Polymer International*, 2004, 53, 85-91).

La figura 13 muestra una micrografía de MET de nanocompuestos de resina epoxídica LY5219/arcilla (contenido en arcilla del 2,5% en peso) preparados con la técnica de la presente invención.

La figura 14 muestra el módulo de almacenamiento, E' frente a la temperatura para nanocompuestos de resina epoxídica LY5219/arcilla de la invención.

La figura 15 muestra la $\tan \delta$ frente a la temperatura para nanocompuestos de resina epoxídica LY5219/arcilla de la invención. En las figuras 13 y 14, la curva a es resina epoxídica pura, las curvas b y c son arcilla al 2,5 y 5,0% en peso, respectivamente.

La figura 16 muestra las propiedades mecánicas de nanocompuestos de resina epoxídica LY5219/arcilla de la invención usando la resistencia a la fractura.

La figura 17 muestra una micrografía de MET de nanocompuestos de resina epoxídica DER332/arcilla (contenido en arcilla del 2,5% en peso) preparados con la técnica de la presente invención.

La figura 18 muestra una micrografía de MET de nanocompuestos de resina epoxídica DER332/arcilla (contenido en arcilla del 2,5% en peso) preparados con la técnica de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

Mediante la invención, la arcilla virgen se dispersa en primer lugar en agua para formar una dispersión. Esto provoca el hinchamiento de las partículas de arcilla individuales por penetración del agua en los espacios de galería de la arcilla.

Entonces, se intercambia la dispersión en agua con un disolvente orgánico. La elección del disolvente y las condiciones del intercambio son tales que se mantiene el estado hinchado de la arcilla. Usando un disolvente orgánico, la cantidad de modificadores puede reducirse mientras que se mejora la exfoliación de las partículas de arcilla. Sustancialmente, puede conseguirse la exfoliación completa en al menos las formas preferidas de la invención.

El disolvente orgánico usado en esta invención facilita la reacción entre el modificador y la arcilla y también facilita la dispersión uniforme de las capas de arcilla en los monómeros, oligómeros o polímeros. El disolvente orgánico también puede actuar como disolvente para tales monómeros, oligómeros o polímeros.

El disolvente orgánico puede ser un disolvente polar o no polar. Si es no polar y no es miscible con agua, se usará habitualmente con un disolvente polar. Mediante un sistema de disolvente de este tipo, puede conseguirse la compatibilidad del sistema con las capas de arcilla hidrófilas y las moléculas hidrófobas que pueden usarse como modificador o como monómero, polímero u oligómeros.

El disolvente orgánico es preferiblemente de un bajo punto de ebullición con el fin de que se lleven a cabo las reacciones a una temperatura baja y de modo que el disolvente tras realizar su función puede eliminarse fácilmente mediante evaporación.

Por tanto, se preferirán disolventes orgánicos que incluyen, pero no se limitan a cetonas tales como acetona, metil etil cetona, metil isobutil cetona y ciclohexanona; alcoholes tales como metanol, etanol, propanol, n-butanol, i-butanol, sec-butanol y terc-butanol; glicoles tales como etilenglicol, propilenglicol y butilenglicol; ésteres tales como

acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de butilo, oxalato de dietilo y malonato de dietilo; éteres tales como dietil éter, dimetil éter de etilenglicol, dimetil éter de dietilenglicol y tetrahidrofurano; hidrocarburos halogenados tales como diclorometano, 1,2-dicloroetano, 1,4-diclorobutano, tricloroetano, clorobenceno y o-diclorobenceno; hidrocarburos tales como hexano, heptano, octano, benceno, tolueno y xileno. Otros incluyen N-metil-2-pirrolidona, N,N-dimetilacetamida, N,N-dimetilformamida, dimetilsulfóxido, tetrametilurea, triamida hexametilfosfórica y gamma-butirolactona. Estos disolventes pueden usarse o bien individualmente o bien en cualquier combinación de los mismos. Un disolvente o una combinación de los mismos con un punto de ebullición por debajo de 100°C se prefieren generalmente por su facilidad de manipulación y bajo coste.

En el procedimiento de la invención, la arcilla se mezcla en primer lugar con agua. La razón de agua con respecto a arcilla puede variar desde 1:1 hasta 1:1000. Preferiblemente desde 1:2 hasta 1:500, más preferiblemente desde 1:5 hasta 1:200.

La razón de la cantidad de agua con respecto a la cantidad de disolvente orgánico puede variar ampliamente siempre que la arcilla permanezca en un estado hinchado. Las cantidades pueden variar desde 1:1 hasta 1:50.

La arcilla usada en la formación de los nanocompuestos es una utilizada generalmente en la técnica anterior. Por tanto, puede seleccionarse del grupo que consiste en arcillas de caolín y esmectita. Las arcillas de esmectita para su uso en la presente invención pueden seleccionarse del grupo que consisten en montmorillonita, hectorita, saponita, sauconita, beidellita, nontronita y combinaciones de dos o más de las mismas. Más preferiblemente, la arcilla se selecciona del grupo que consiste en hectorita, montmorillonita, beidellita, estevensita y saponita. Normalmente, la arcilla usada en la presente invención tendrá una capacidad de intercambio catiónico que oscila entre 7 y 300 meq/100 g.

La cantidad de arcilla usada en los nanocompuestos de la presente invención variará dependiendo de las propiedades deseadas en el nanocompuesto final y generalmente oscila entre el 0,1% y el 40% en peso basándose en el peso total de la composición.

El modificador orgánico de la presente invención puede ser los mencionados en la técnica anterior. Los modificadores normalmente tienen la función de reaccionar con la superficie de la arcilla y con las cadenas de polímero. Las superficies de la arcilla son hidrófilas. La cadena de polímero puede variar desde hidrófoba hasta tener algún grado de hidrofiliidad. El modificador tendrá un grupo funcional tanto hidrófilo como hidrófobo. Por tanto, el modificador puede seleccionarse del grupo que consiste en tensioactivos, agentes de acoplamiento y compatibilizantes. Pueden seleccionarse modificadores adecuados de sales de alquilamonio, organosilanos, ácidos de alquilo (o derivados funcionales de los mismos, tal como un anhídrido o cloruro de ácido), copolímeros injertados y copolímeros de bloque. En cada caso, el modificador se seleccionará de modo que tenga un grupo funcional que pueda unirse a las capas de la arcilla y otro grupo funcional que puede unirse al polímero. Es una característica de la presente invención que pueda usarse el modificador en una cantidad mucho menor que la propuesta en los métodos de la técnica anterior. Por tanto, la cantidad de modificador puede reducirse hasta una cantidad dentro del intervalo del 0,15 al 15 por ciento en peso.

El polímero puede seleccionarse de cualquier polímero usado normalmente en un material compuesto en la técnica anterior. Por tanto, pueden emplearse polímeros elegidos de polímeros termoendurecibles, polímeros termoplásticos y combinaciones de los mismos. Los polímeros pueden incorporarse en el procedimiento de la invención como un monómero polimerizable y luego polimerizarse. Tales polímeros incluyen polímeros termoendurecibles tales como resinas epoxídicas, resinas de poliéster y cauchos de curado; polímeros termoplásticos tales como poliolefinas que pueden consistir en polietilenos, polipropilenos, polibutilenos, polimetilpenteno, poliisoprenos y copolímeros de los mismos, copolímeros de olefinas y otros monómeros tales como etileno-acetato de vinilo, copolímeros de ácido etilénico, etileno-alcohol vinílico, etileno-acrilato de etilo y etileno-acrilato de metilo, poli(acrilatos tales como poli(metacrilato de metilo), poli(acrilato de butilo), poli(metacrilato de etilo), poli(acrilato de isobutilo), poli(acrilato de 2-etilhexilo), poli(aminoacrilatos), poli(metacrilato de hidroxietilo), poli(metacrilato de hidroxipropilo) u otros poli(acrilatos de alquilo); poliésteres tales como poliarilatos, poli(tereftalato de butileno) y poli(tereftalato de etileno); poliestireno y copolímeros tales como ABS, SAN, ASA y estireno-butadieno; resinas de ingeniería tales como policarbonato, poliéterimida, poli(éter éter cetona), poli(sulfuro de fenileno) y polímidas termoplásticas; elastómeros tales TPE olefinicos, TPE de poliuretano y TPE estirénicos; polímeros clorados tales como PVC y poli(dicloruro de vinilideno); siliconas tales como polidimetilsiloxano, caucho de silicona, resina de silicona; fluoropolímeros y copolímeros con otros monómeros son útiles tales como politetrafluoroetileno, etileno fluorado-propileno, resinas de perfluoroalcoxilo, policlorotrifluoroetileno, copolímero de etileno-clorofluoroetileno, poli(flúoruro de vinilideno) y poli(flúoruro de vinilo). Polímeros adicionales son resinas de nitrilo, poliamidas (nailones), polifeniléneter y copolímeros de poliamida-imida. También se incluyen las resinas a base de sulfona tales como polisulfona, poliétersulfona y poliarilsulfona. Otras familias de resinas termoplásticas útiles en esta invención son acetales, acrílicas y celulósicas. También pueden usarse polímeros de cristal líquido, una familia de copolímeros de poliéster. Además, combinaciones y aleaciones miscibles o inmiscibles de cualquiera de las combinaciones de resina anteriores son útiles para esta invención.

La cantidad de polímero en el material compuesto puede variar desde el 60% hasta el 99,9% en peso de la composición total dependiendo de la aplicación deseada. El contenido en polímero preferido puede ser del 80% al

99,5%; más preferiblemente del 85% al 99,5%.

La invención se describirá ahora con referencia a los siguientes pero no debe interpretarse que se limita a los mismos.

Ejemplos

5 Ejemplo 1

Se mezclaron 2 gramos de Cloisite 93A, una organoarcilla comercial que contiene el 40% en peso de alquilamonio con 60,8 g de resina epoxídica DER 332 de Dow usando un homogeneizador durante 2 horas a una velocidad de 10000 rpm. Entonces, se mezcló la mezcla con 16 g de agente de curado (ETHACURE 100 LC) mediante agitación y se curó a 100°C durante 2 horas y 180°C durante 5 horas. El producto final era una placa y se sometió a varias pruebas.

En la figura 1 se muestra la micrografía óptica. En la figura 3 se muestra la micrografía de MET.

Ejemplo 2

Se mezclaron 2 gramos de montmorillonita de sodio purificada que tiene una capacidad de intercambio catiónico de 145 meq/100 g con 100 ml de agua, con agitación durante 24 horas a temperatura ambiente para formar una suspensión. Se precipitó la suspensión en 1000 ml de acetona a temperatura ambiente con agitación y se lavó con acetona a temperatura ambiente por 3 veces. Se añadió 3-aminopropiltrimetoxi-silano como agente de acoplamiento en una cantidad de 0,1 g. Entonces se agitó la mezcla durante 12 horas a temperatura ambiente. Luego se mezclaron 60,8 g de resina epoxídica DER 332 de Dow meticulosamente usando un homogeneizador durante 2 horas a una velocidad de 10000 rpm. Se secó la mezcla en un horno de vacío a 50°C durante 48 horas y luego se mezcló con 16 g de agente de curado (ETHACURE 100 LC) mediante agitación y se curó a 100°C durante 2 horas y 180°C durante 5 horas. El producto final era una placa y se sometió a varias pruebas.

En la figura 2 se muestra la micrografía óptica. En la figura 4 se muestra la micrografía de MET.

Las observaciones en microscopio óptico (MO) confirmaron que las partículas de arcilla se han dispersado uniformemente en la matriz en los nanocompuestos preparados con la técnica de la presente invención. En un material compuesto de resina epoxídica/organoarcilla preparado con la técnica existente, el tamaño de agregado es de 10-20 micrómetros (figura 1). En el nanocompuesto de resina epoxídica/arcilla mencionado anteriormente, las partículas de arcilla se dispersan de manera uniforme en la matriz y el tamaño de los agregados es inferior a 1 micrómetro (figura 2).

Los resultados de un estudio en microscopio electrónico de transmisión (MET) muestran que la arcilla está altamente exfoliada y que las capas de la arcilla se dispersan uniformemente en la matriz de resina epoxídica (figura 4), que es significativamente superior a la de las muestras preparadas con la técnica existente (figura 3).

La incorporación de la arcilla en la resina epoxídica mejora tanto el módulo de Young (figura 5) como la resistencia a la fractura (figura 6). A una carga de arcilla del 2,5% en peso, la resistencia a la fractura muestra un valor máximo (figura 6). En comparación con los datos notificados en la bibliografía, los nanocompuestos preparados con el enfoque de la invención muestran mejor rendimiento en cuanto a tanto el módulo de Young como la resistencia a la fractura. Un ejemplo se muestra en las figuras 7 y 8, en las que se normalizan los datos y se comparan. Es obvio que los nanocompuestos preparados con el enfoque de la invención muestran módulos de Young superiores independientemente del contenido en arcilla. El valor máximo de la resistencia a la fractura es superior al de las muestras preparadas con el enfoque existente.

Las propiedades mecánicas dinámicas de los nanocompuestos se muestran en las figuras 9 y 10, junto con la de un nanocompuesto de resina epoxídica/organoarcilla (resina epoxídica/93A). Puede observarse que el módulo de almacenamiento de los nanocompuestos con el enfoque de la invención aumenta con la carga de arcilla, mientras que la Tg no cambió mucho. Sin embargo, para resina epoxídica/organoarcilla, el módulo de almacenamiento es inferior a la misma carga, y la Tg disminuye drásticamente.

Las figuras 11 y 12 muestran una comparación de la transmitancia. Debido a que la dispersión y exfoliación de la arcilla se han mejorado con el enfoque de la invención, la transmitancia de los nuevos nanocompuestos de resina epoxídica/arcilla (figura 11) es mejor que la de los nanocompuestos preparados con los enfoques existentes (figura 12).

Ejemplo 3

Se mezclaron 2 gramos de montmorillonita de sodio purificada que tiene una capacidad de intercambio catiónico de 145 meq/100 g con 100 ml de agua, con agitación durante 24 horas a temperatura ambiente para formar una suspensión. Se precipitó la suspensión en 1000 ml de acetona a temperatura ambiente con agitación y se lavó con acetona a temperatura ambiente por 3 veces. Se añadió 3-glicidopropiltrimetoxi-silano como agente de acoplamiento en una cantidad de 0,1 g. Entonces se agitó la mezcla durante 12 horas a temperatura ambiente. Luego se

mezclaron 50 g de resina epoxídica LY5210 de Ciba con la arcilla modificada meticulosamente usando un homogeneizador durante 2 horas a una velocidad de 10000 rpm. Se secó la mezcla en un horno de vacío a 50°C durante 48 horas y luego se mezcló con 25 g del agente de curado (Ciba HY2954) mediante agitación y se curó a 160°C durante 2 horas y 220°C durante 2 horas. El producto final era una placa y se sometió a varias pruebas.

- 5 La micrografía de MET muestra que la arcilla está altamente exfoliada y las capas de la arcilla se dispersan uniformemente en la matriz de resina epoxídica (figura 13), que es significativamente superior a la de las muestras preparadas con la técnica existente (figura 3).

En las figuras 14 y 15 se muestran las propiedades mecánicas dinámicas de los nanocompuestos. Puede observarse que tanto el módulo de almacenamiento como la Tg de los nanocompuestos preparados mediante el enfoque de la invención aumentan con la carga de arcilla.

- 10

La incorporación de arcilla en resina epoxídica mejora la resistencia a la fractura (figura 16). A una carga de arcilla del 2,5% en peso, la resistencia a la fractura muestra un valor máximo.

Ejemplo 4

- 15 Se mezclaron 2 gramos de montmorillonita de sodio purificada que tiene una capacidad de intercambio catiónico de 145 meq/100 g con 100 ml de agua, con agitación durante 24 horas a temperatura ambiente para formar una suspensión. Se precipitó la suspensión en 1000 ml de etanol a temperatura ambiente con agitación y se lavó con etanol a temperatura ambiente por 3 veces. Se añadió 3-aminopropiltrimetoxi-silano como agente de acoplamiento en una cantidad de 0,1 g. Entonces se agitó la mezcla durante 12 horas a temperatura ambiente. Luego se mezclaron 60,8 g de resina epoxídica DER 332 de Dow con la arcilla modificada meticulosamente usando un homogeneizador durante 2 horas a una velocidad de 10000 rpm. Se secó la mezcla en un horno de vacío a 60°C durante 48 horas y luego se mezcló con 16 g de agente de curado (ETHACURE 100 LC) mediante agitación y se curó a 100°C durante 2 horas y 180°C durante 5 horas. El producto final era una placa y se sometió a varias pruebas.

- 25 La micrografía de MET muestra que la arcilla está altamente exfoliada y que las capas de la arcilla se dispersan uniformemente en la matriz de resina epoxídica (figura 17), que es significativamente superior a la de las muestras preparadas con la técnica existente (figura 3).

Ejemplo 5

- 30 Se mezclaron 2 gramos de montmorillonita de sodio purificada que tiene una capacidad de intercambio catiónico de 145 meq/100 g con 100 ml de agua, con agitación durante 24 horas a temperatura ambiente para formar una suspensión. Se precipitó la suspensión en 1000 ml de acetona a temperatura ambiente con agitación y se lavó con acetona a temperatura ambiente por 3 veces. Se añadió 3-glicidopropiltrimetoxi-silano como agente de acoplamiento en una cantidad de 0,1 g. Entonces se agitó la mezcla durante 12 horas a temperatura ambiente. Luego se mezclaron 60,8 g de resina epoxídica DER 332 de Dow con la arcilla modificada meticulosamente usando un homogeneizador durante 2 horas a una velocidad de 10000 rpm. Se secó la mezcla en un horno de vacío a 50°C durante 48 horas y luego se mezcló con 16 g de agente de curado (ETHACURE 100 LC) mediante agitación y se curó a 100°C durante 2 horas y 180°C durante 5 horas. El producto final era una placa y se sometió a varias pruebas.

- 40 La micrografía de MET muestra que la arcilla está altamente exfoliada y que las capas de la arcilla se dispersan uniformemente en la matriz de resina epoxídica (figura 18), que es significativamente superior a la de las muestras preparadas con la técnica existente (figura 3).

La siguiente tabla resume los principales componentes usados en cada uno de los ejemplos y las figuras relevantes que ilustran las propiedades del producto final.

TABLA

Ejemplos	Matriz de polímero	Arcilla	Disolvente	Modificador	Figuras
1	DER 332	Organoarcilla	Ninguno	Ninguno	1,3
2	DER332	Arcilla virgen	Acetona	3-aminopropiltrimetoxi-silano	2,4-12
3	LY 5210	Arcilla virgen	Etanol	3-glicidopropiltrimetoxi-silano	13-16
4	DER332	Arcilla virgen	Etanol	3-aminopropiltrimetoxi-silano	17
5	DER332	Arcilla virgen	Acetona	3-glicidopropiltrimetoxi-silano	18

Por tanto, la invención proporciona adicionalmente un nanocompuesto en el que las partículas de arcilla exfoliadas se dispersan uniformemente en una matriz de polímero.

- 5 Los nanocompuestos de la invención pueden usarse como partes de aeronaves, automóviles, etc. en las que se requieren altos módulos y alta dureza, alta temperatura de distorsión por calor y alta estabilidad térmica; placas de circuitos impresos, embalajes electrónicos, componentes eléctricos, etc.; envases de bebidas y alimentos, películas y recubrimientos, etc. en los que se requieren altas propiedades de barrera y alta transparencia; y neumáticos, tubos, etc.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de formación de un nanocompuesto que comprende:
tratar arcilla virgen con agua para formar una arcilla hinchada;
5 intercalar dicha arcilla hinchada con un disolvente orgánico para formar una arcilla hinchada intercalada con disolvente orgánico intercambiando dicha agua con dicho disolvente orgánico mientras que se mantiene dicha arcilla hinchada en un estado hinchado con dicho disolvente orgánico;
tratar dicha arcilla hinchada intercalada con disolvente orgánico con un modificador; y,
mezclar dicha arcilla hinchada intercalada con disolvente orgánico así modificada con un material de matriz que comprende un monómero, oligómero, polímero o cualquier combinación de los mismos para formar una
10 mezcla de nanocompuestos y, cuando dicho material de matriz comprende un monómero u oligómero, polimerizar dicho material de matriz.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho disolvente orgánico se extrae de dicha mezcla de nanocompuestos.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que dicho disolvente orgánico se extrae de dicha mezcla de
15 nanocompuestos antes de, durante, o después de una polimerización requerida de dicho material de matriz.
4. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho material de matriz se selecciona del grupo que consiste en polímeros termoplásticos, polímeros termoendurecibles y combinaciones de los mismos.
5. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha arcilla se selecciona del grupo que consiste en arcillas de caolín y esmectita.
- 20 6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que dicha arcilla es una esmectita seleccionada del grupo que comprende montmorillonita, hectorita, saponita, sauconita, beidellita, estevensita, nontronita y combinaciones de dos o más de las mismas.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que la arcilla se selecciona de arcillas de hectorita, montmorillonita, beidellita, estevensita y saponita.
- 25 8. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha arcilla tiene una capacidad de intercambio catiónico que oscila entre 7 y 300 meq/100 g.
9. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicha arcilla está presente en una cantidad que oscila entre el 0,1% y el 40% en peso basándose en el peso total del material compuesto de polímero.
10. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la razón arcilla/agua oscila entre 1:1 y 1:1000.
- 30 11. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho disolvente orgánico se selecciona del grupo que consiste en compuestos químicos orgánicos polares y compuestos químicos orgánicos no polares.
12. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que están presentes agua y disolvente orgánico en una razón de desde 1:1 hasta 1:50 durante el intercambio de agua por dicho disolvente orgánico.
13. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho modificador se selecciona del grupo que consiste
35 en tensioactivos, agentes de acoplamiento y compatibilizantes.
14. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que dicho modificador se selecciona del grupo que consiste en sales de alquilamonio, organosilano, ácidos de alquilo y derivados funcionales de los mismos, copolímeros injertados y copolímeros de bloque.
- 40 15. Procedimiento según la reivindicación 13, en el que dicho agente de acoplamiento está presente en una cantidad que oscila entre el 0,05% y el 15% en peso basándose en el peso de la arcilla.

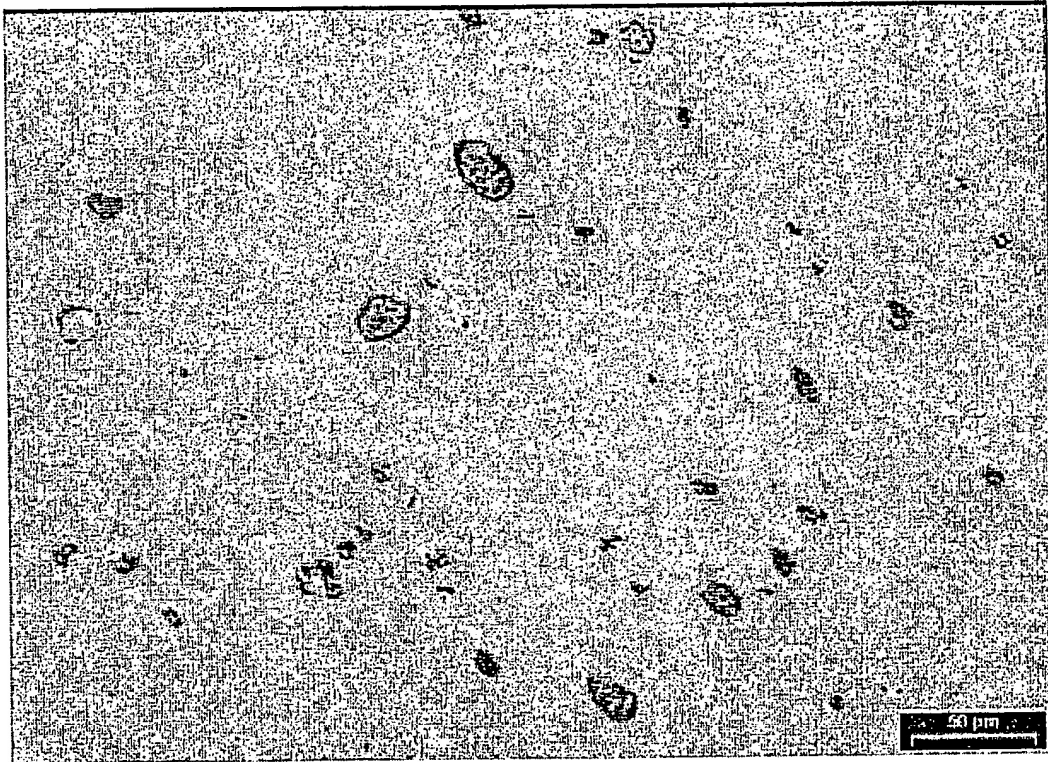


FIGURA 1

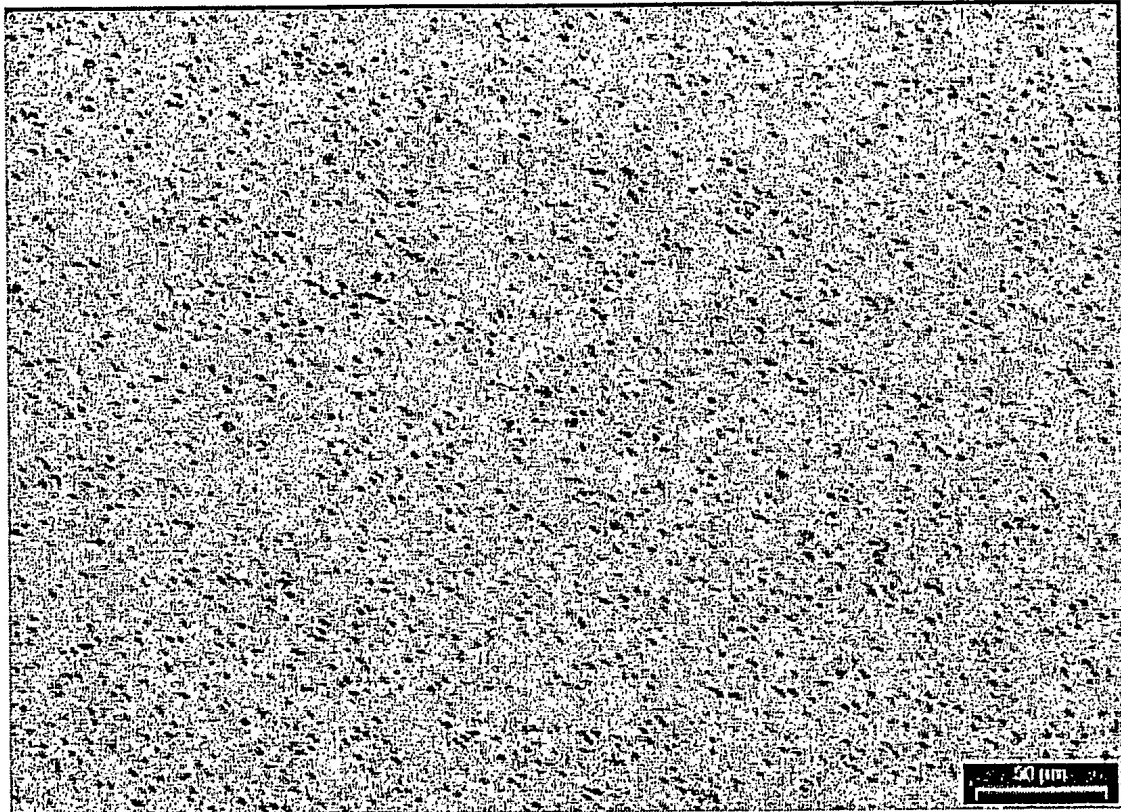


FIGURA 2

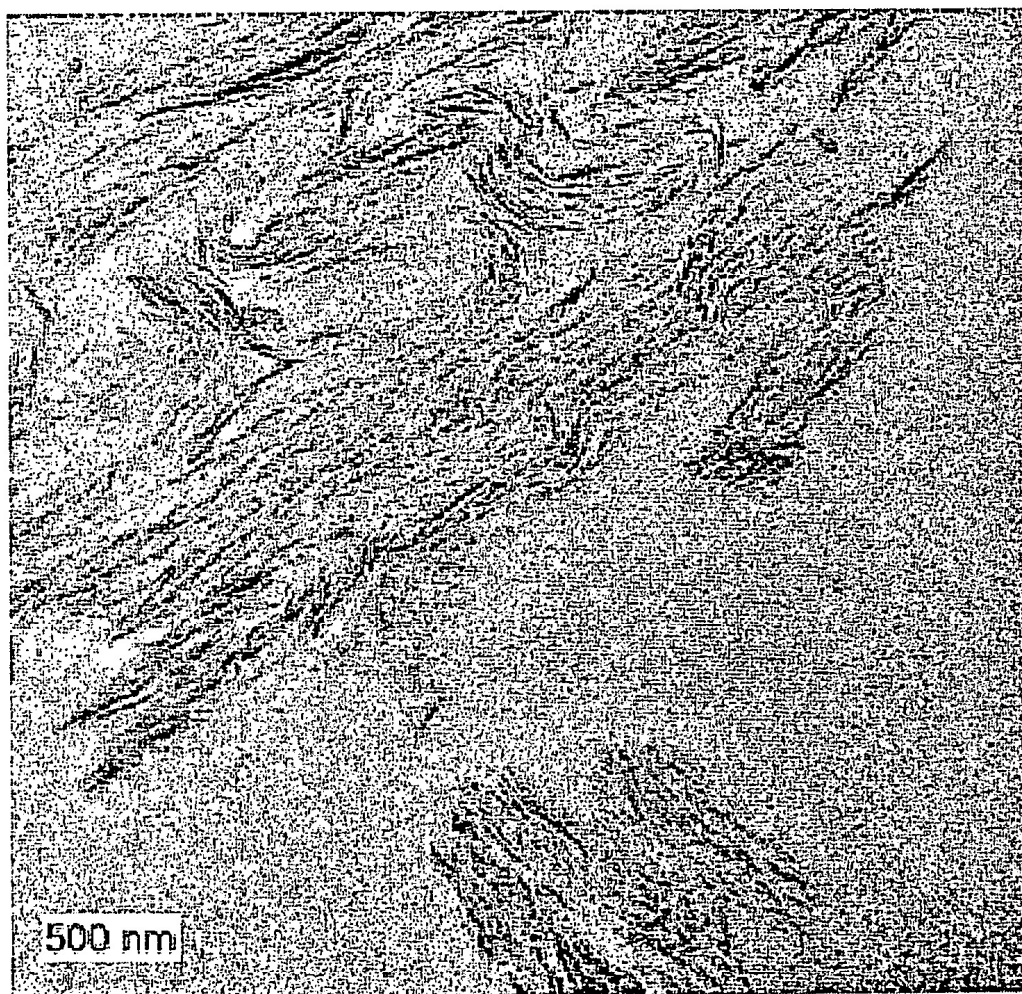
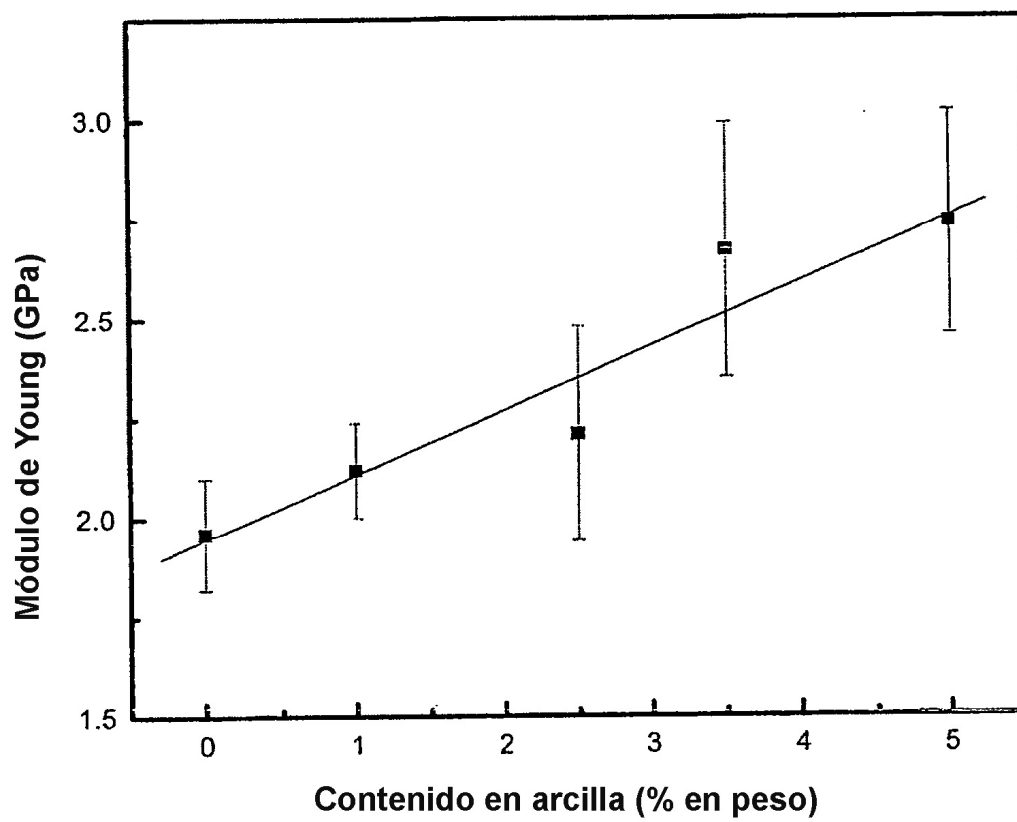
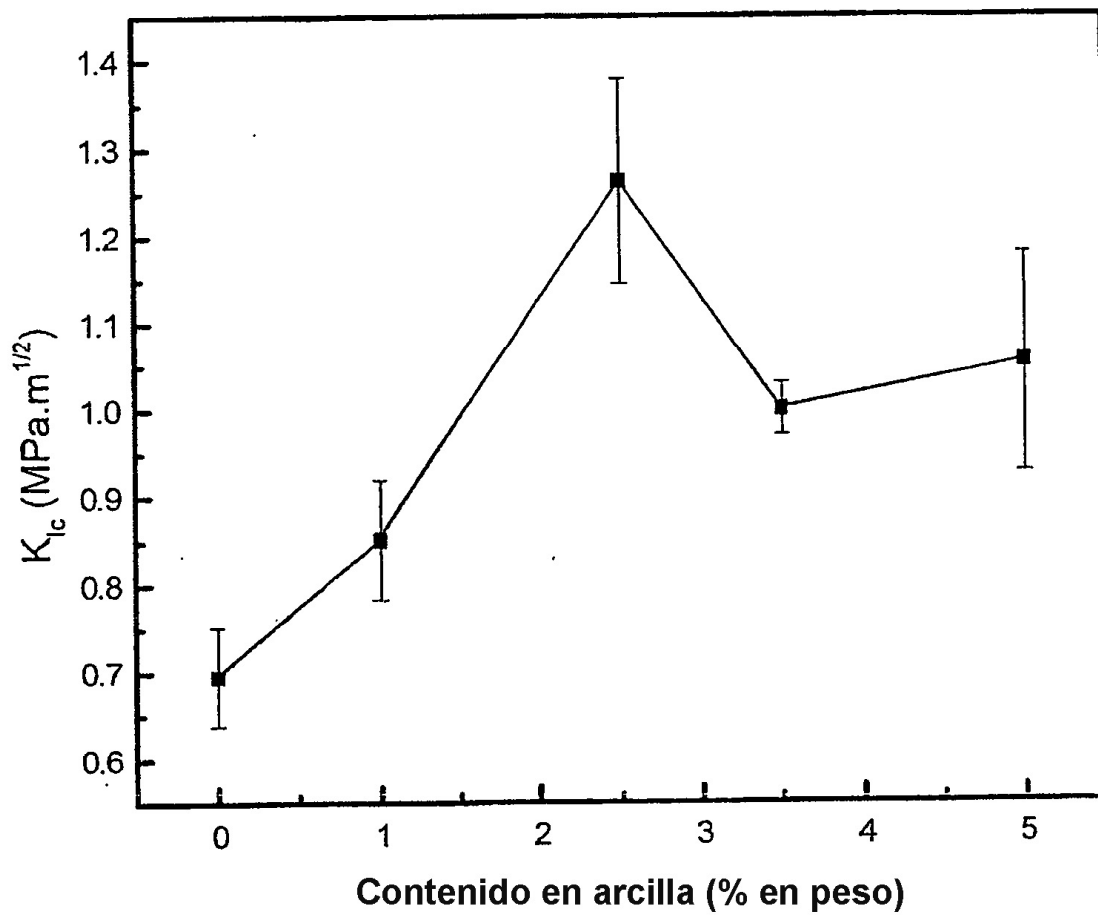


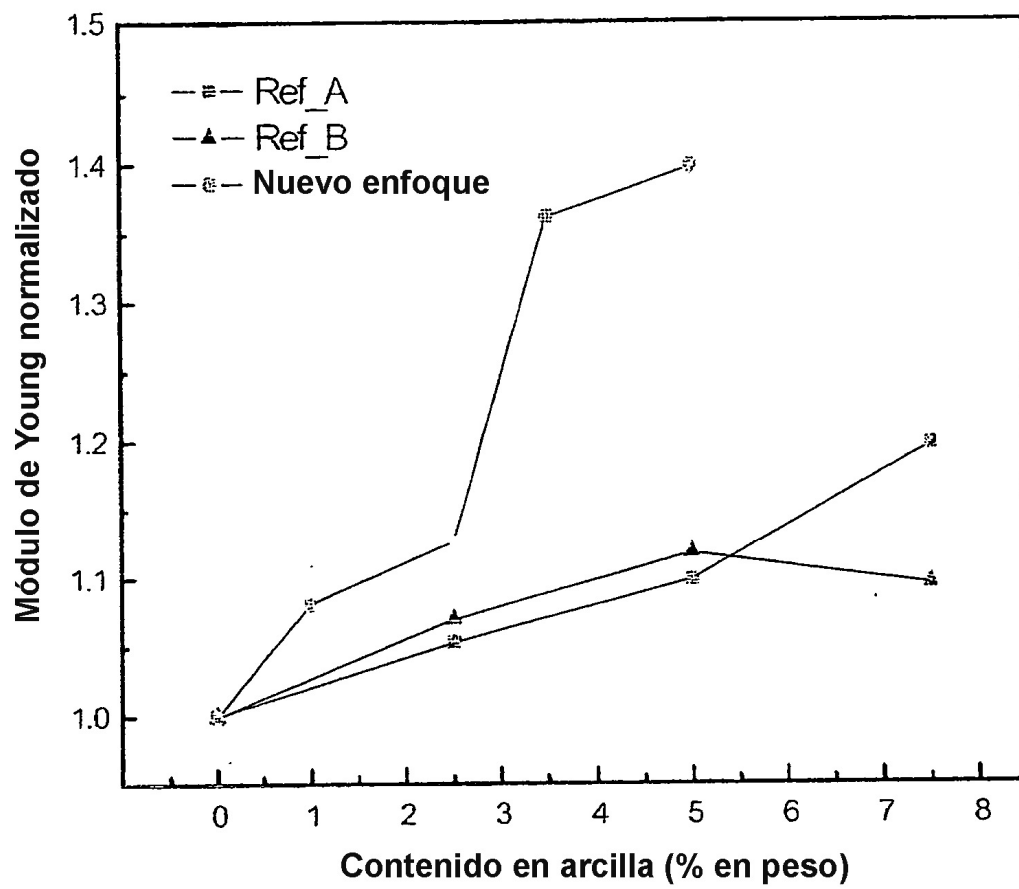
FIGURA 3

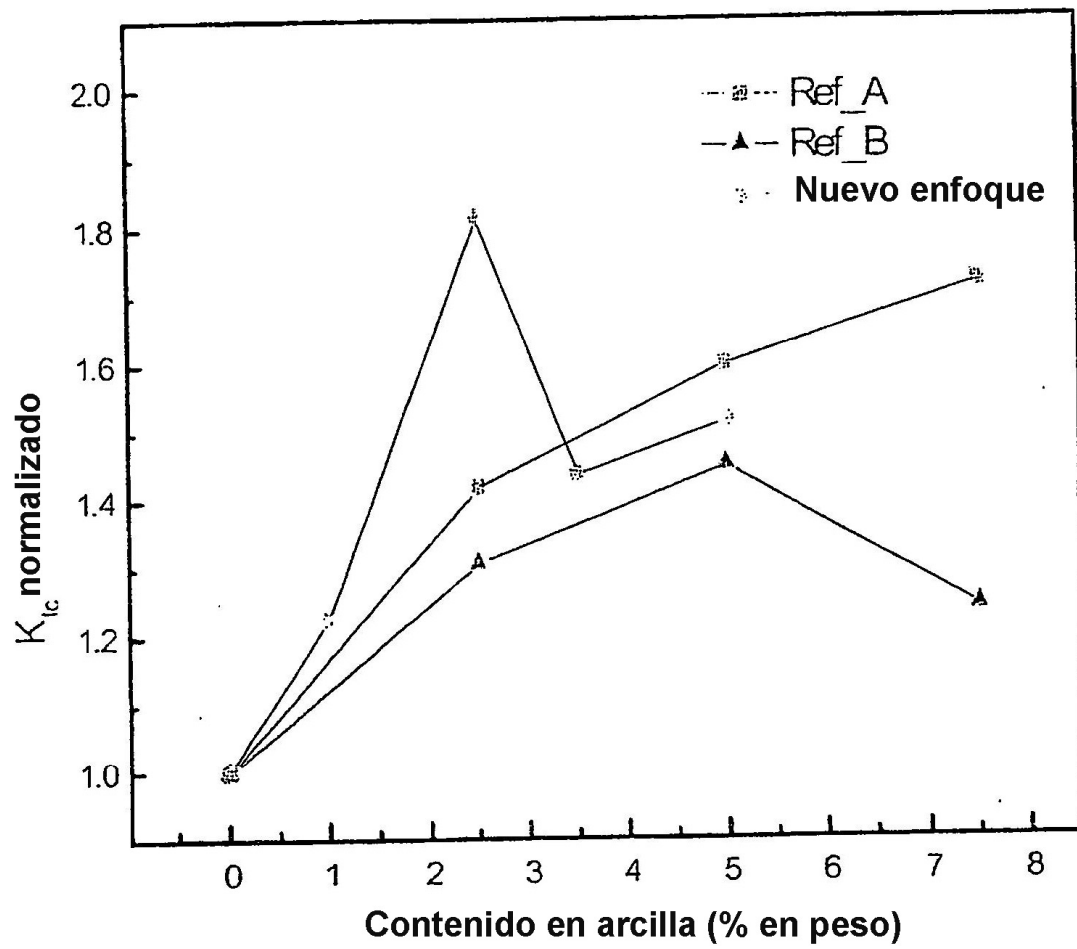


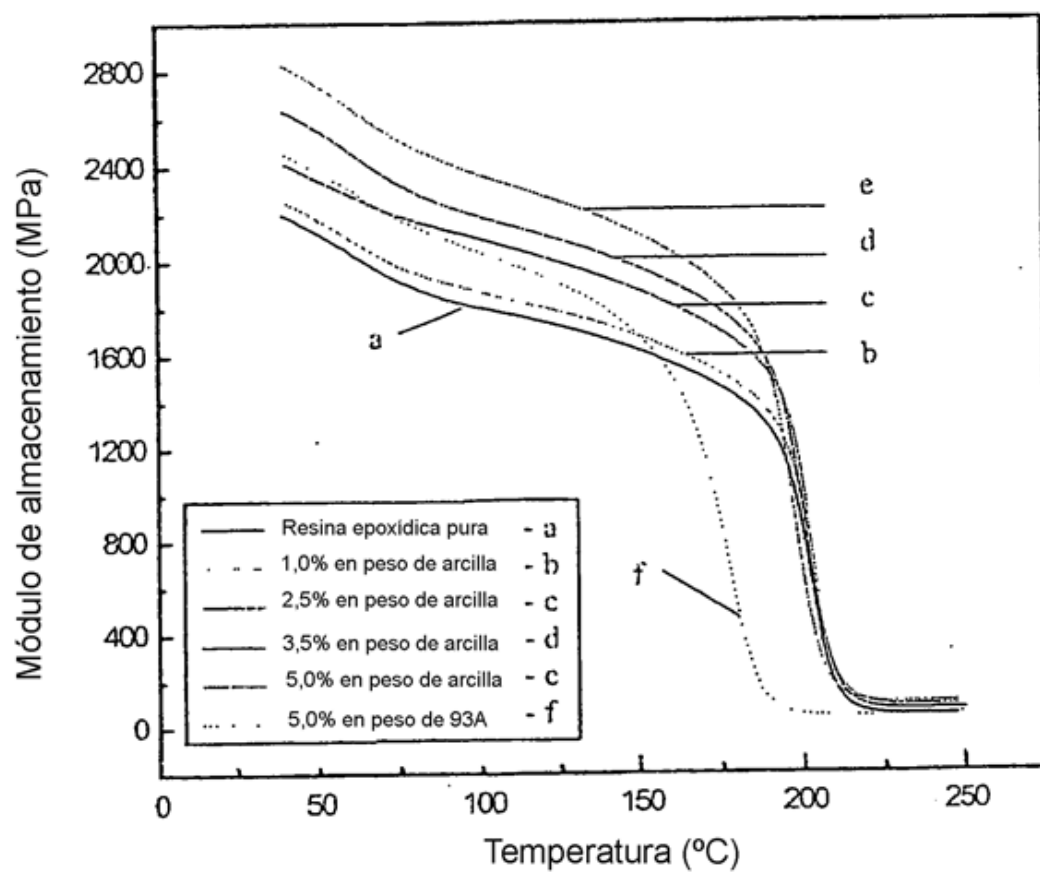
FIGURA 4

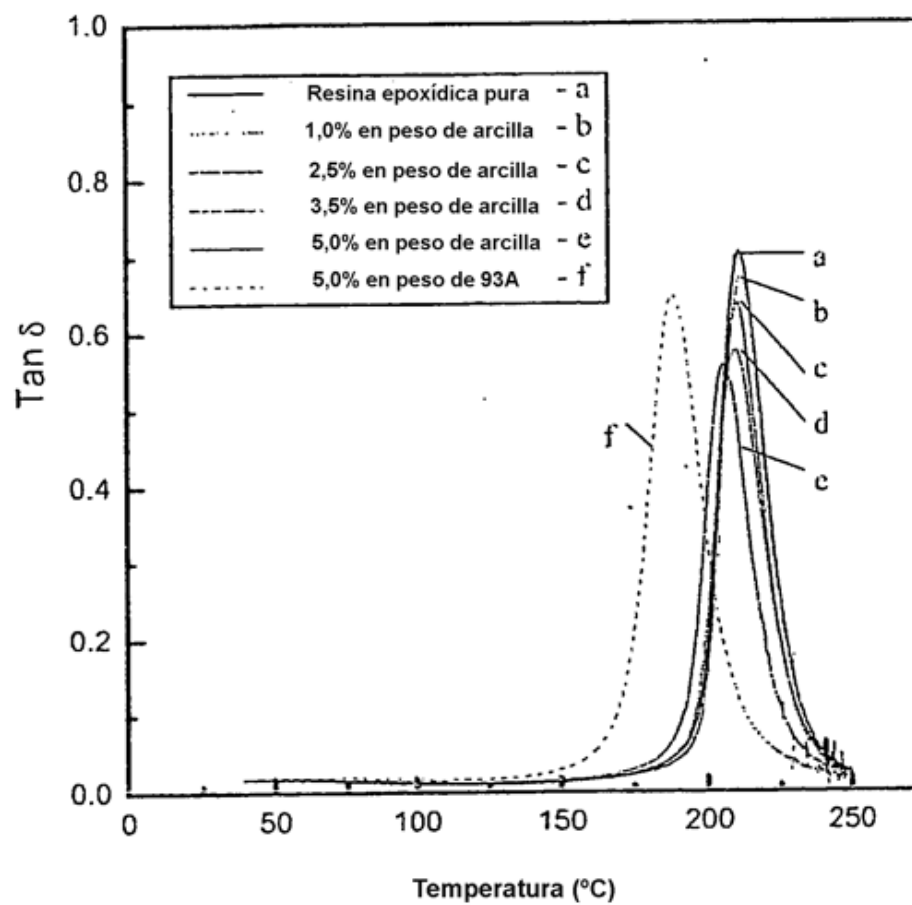
**FIGURA 5**

**FIGURA 6**

**FIGURA 7**

**FIGURA 8**

**FIGURA 9**

**FIGURA 10**

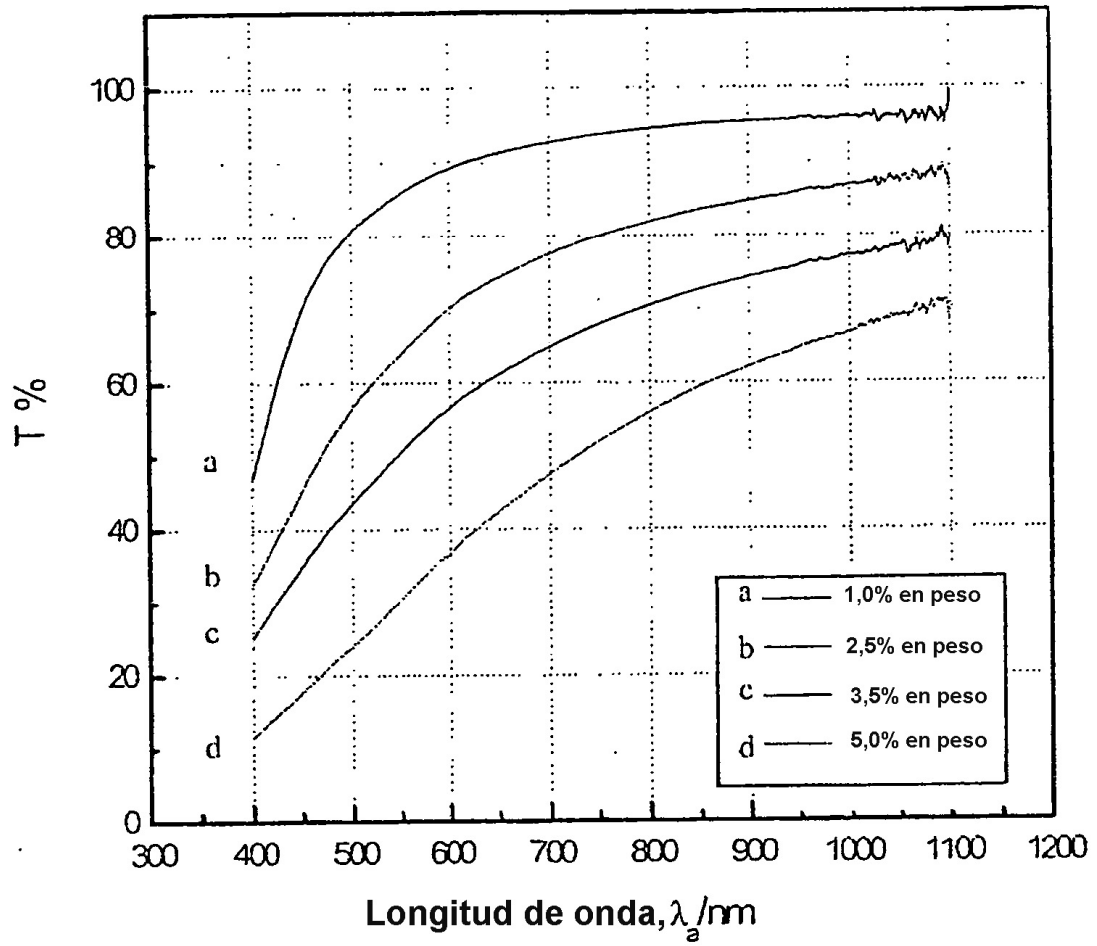


FIGURA 11

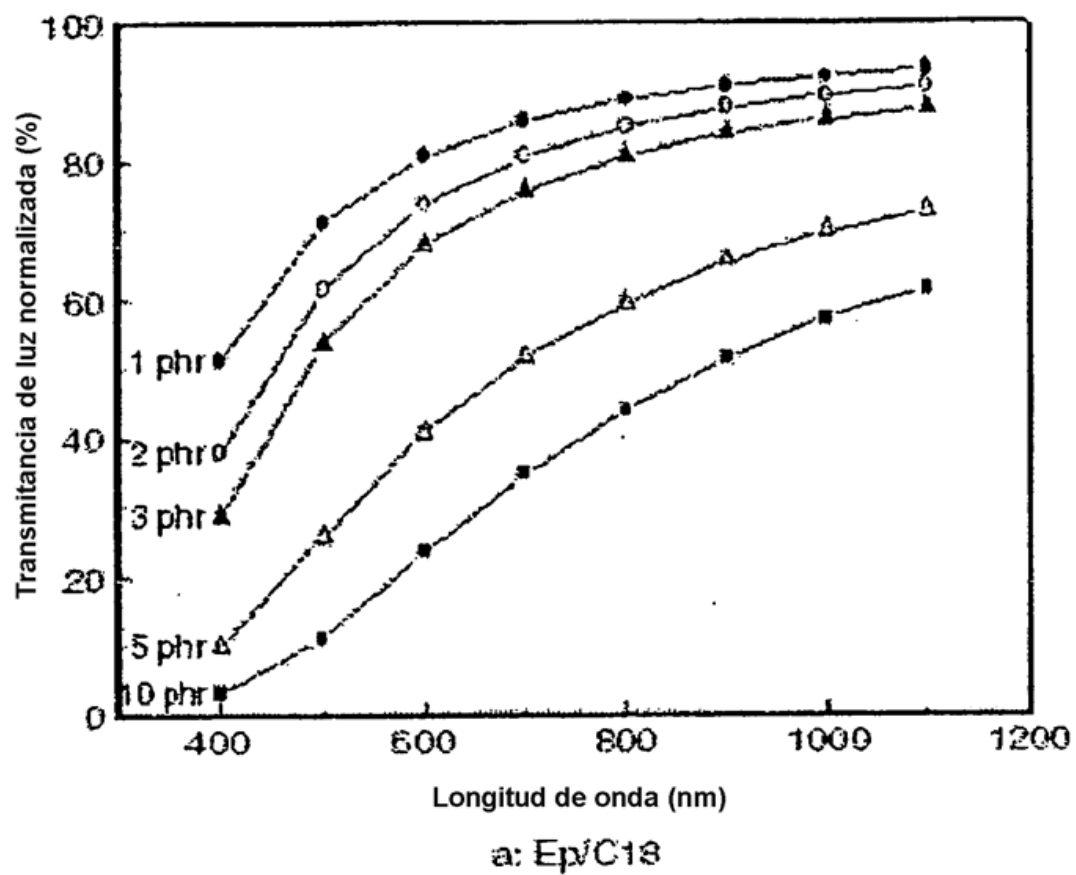
**FIGURA 12**



FIGURA 13

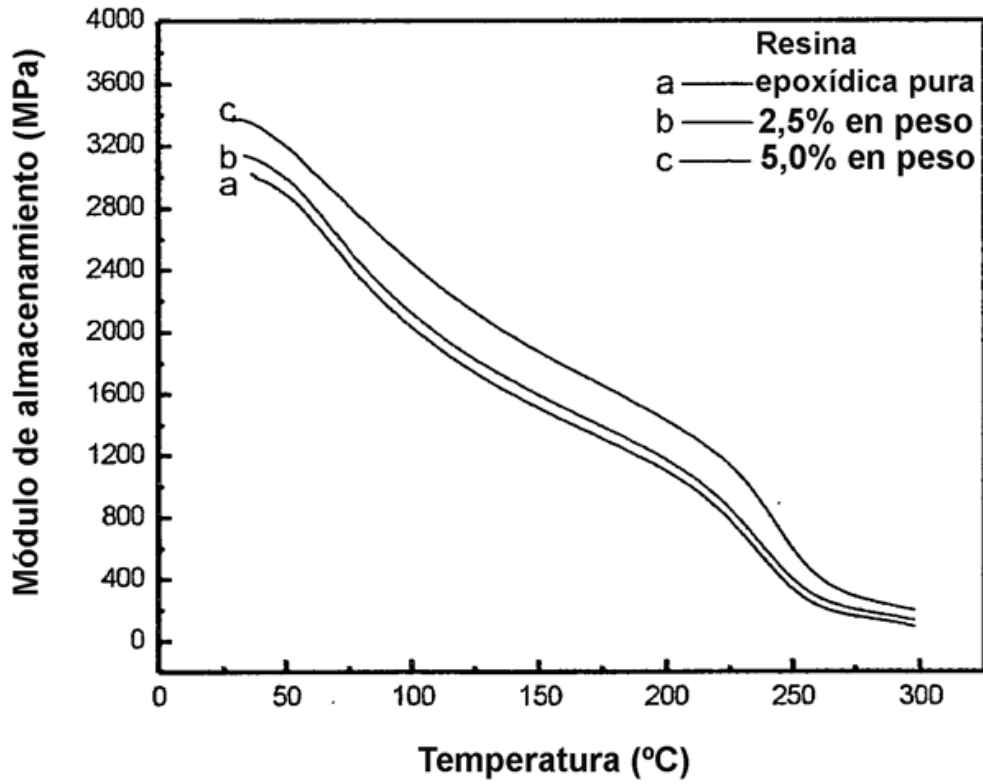


FIGURA 14

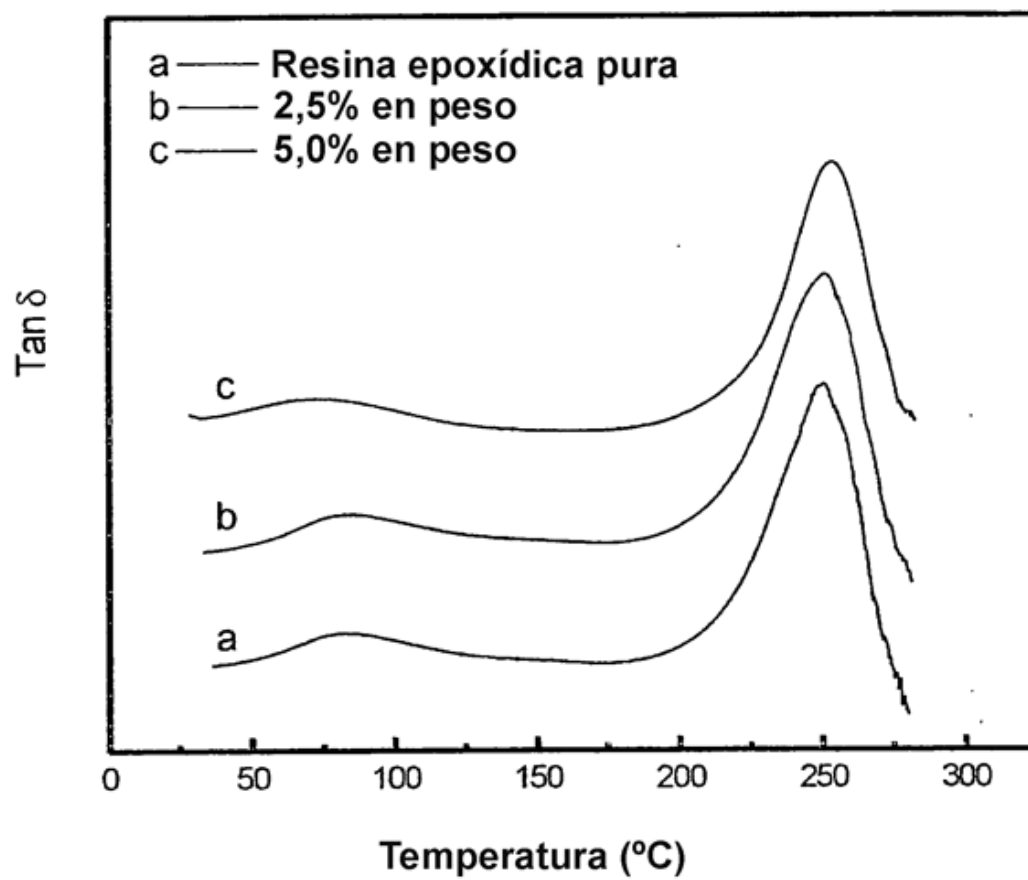


FIGURA 15

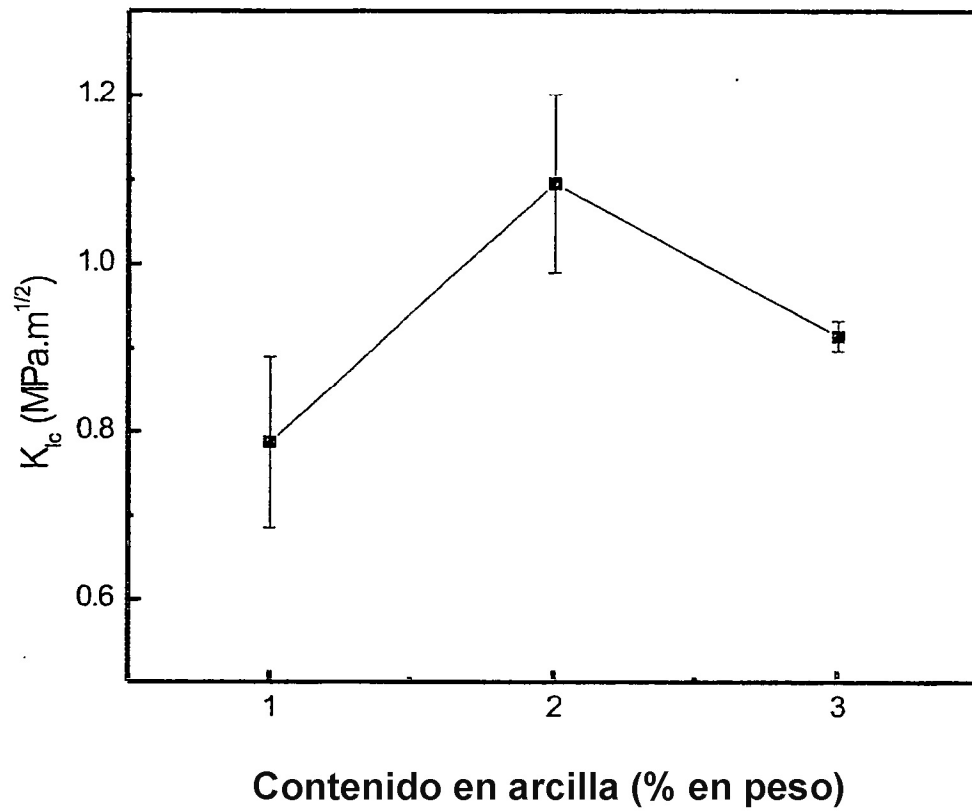


FIGURA 16

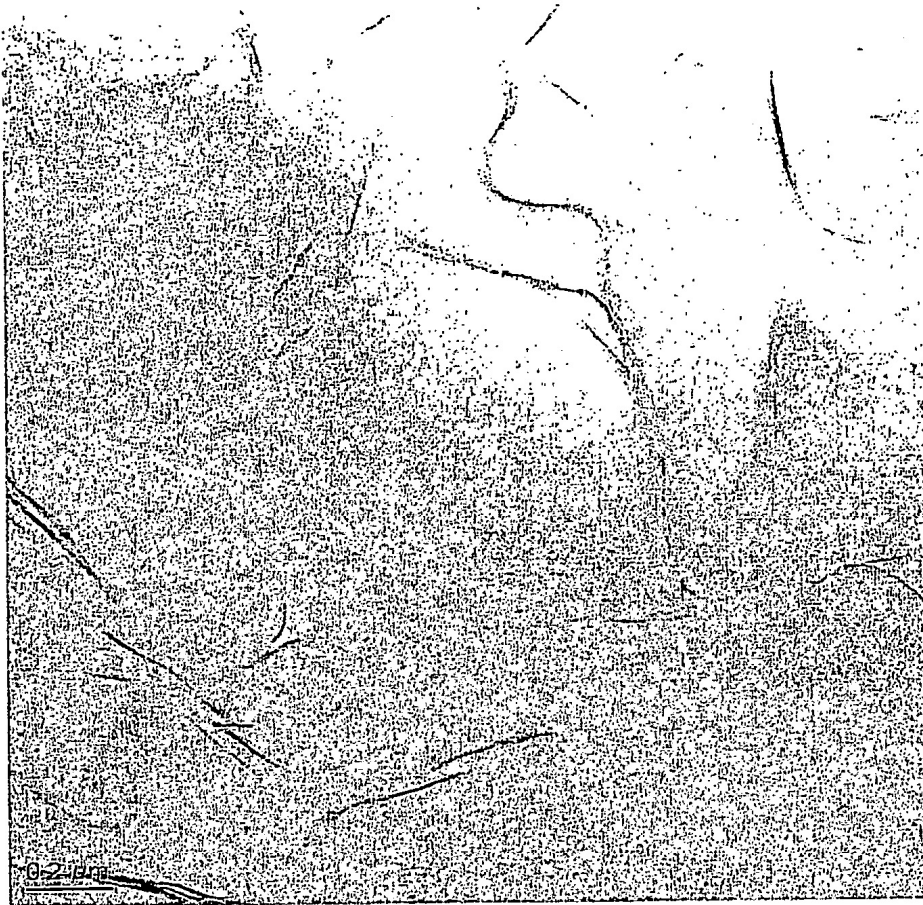


FIGURA 17

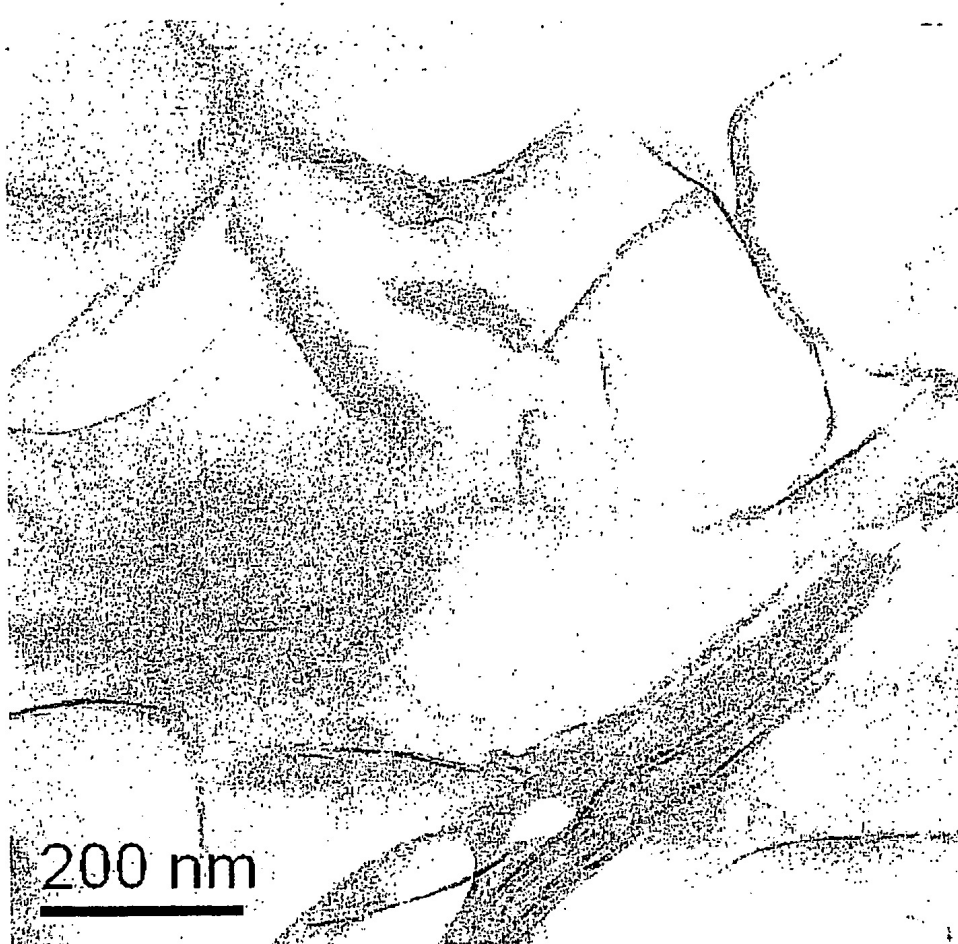


FIGURA 18