



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 327 526**

(51) Int. Cl.:

C01B 31/00 (2006.01)

C01B 31/04 (2006.01)

B01J 3/00 (2006.01)

C08K 3/04 (2006.01)

C08K 7/04 (2006.01)

C08K 9/04 (2006.01)

C08K 9/02 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **04757008 .0**

(96) Fecha de presentación : **15.07.2004**

(97) Número de publicación de la solicitud: **1648821**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **26.04.2006**

(54)

Título: **Procedimiento para la deslaminación de una estructura de grafito.**

(30)

Prioridad: **16.07.2003 US 620832**

(73)

Titular/es: **The Board of Governors of Wayne State
University
656 W. Kirby
Detroit, Michigan 48202, US**

(45)

Fecha de publicación de la mención BOPI:
30.10.2009

(72)

Inventor/es: **Gulari, Esin y
Serhatkulu, Gulayk**

(45)

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
30.10.2009

(74)

Agente: **Isern Jara, Jorge**

ES 2 327 526 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

Procedimiento para la deslaminación de una estructura de grafito.

5 Sector de la invención

La invención se refiere a un procedimiento de deslaminación de una estructura de grafito. Una estructura de grafito consiste en partículas de grafito en forma de capas. Las estructuras de grafito deslaminadas son útiles para mezclar con un polímero para producir un polímero reforzado que tiene mejores características químicas, mecánicas, eléctricas y de retardo del fuego.

Antecedentes de la invención

La utilización de plásticos en diferentes industrias está aumentando continuamente debido a su peso reducido y a continuas mejoras en sus características. Por ejemplo, en la industria del automóvil, los materiales basados en polímeros pueden comprender una parte significativa, por ejemplo, como mínimo el 15 por ciento del peso de un vehículo determinado. Estos materiales son utilizados en diferentes componentes del automóvil, tales como acabados interiores y exteriores y paneles laterales. Dado que la industria intenta mejorar la economía del combustible, un número mayor de piezas de acero y aluminio pueden ser el objetivo de sustitución por materiales basados en polímeros. Además, son necesarias mejoras en las características mecánicas de los polímeros, a efectos de cumplir con exigencias de comportamiento más estrictas. Estas propiedades mecánicas incluyen, por ejemplo, rigidez, estabilidad dimensional, módulo, temperatura de deformación por calor, características barrera y resistencia al óxido y a las rayaduras. Las características mecánicas mejoradas pueden reducir los costes de fabricación al reducir el grosor y el peso de la pieza fabricada y el tiempo de fabricación de la misma.

Existe una serie de formas para mejorar las características de un polímero, incluyendo el refuerzo con cargas en forma de partículas o fibras de vidrio. En la actualidad, se sabe que los polímeros reforzados con plaquitas con tamaño de nanómetros o partículas de silicatos laminares o arcilla pueden mejorar significativamente las características mecánicas para cargas mucho más reducidas que en las cargas convencionales. (Ver, por ejemplo, patente USA nº 6,469,073 de Manke y otros, (2002) y solicitud de patente USA publicada nº 2002/0082331 A1 de Mielewski y otros (2002)). Este tipo de compuesto es designado "nanocompuesto". De manera más específica, los nanocompuestos de polímero-silicato son compuestos en los que partículas nanodimensionadas de un silicato en capas, por ejemplo, arcilla montmorillonita, se dispersan en una matriz de termoplástico o en una matriz termocurable. La mejora de características mecánicas de los nanocompuestos se cree que es debida a factores tales como el área superficial incrementada de las partículas.

No obstante, en el desarrollo de nanocompuestos de polímero-silicato, estructuras que facilitan el mejor retardo del fuego producen frecuentemente características mecánicas inaceptables. Otro problema con los nanocompuestos de polímero-silicato es la inestabilidad térmica de los iones orgánicos introducidos entre las capas. Es decir, si bien los nanocompuestos de polímero-silicato se ha demostrado que muestran un incremento significativo de estabilidad térmica, en algunos casos se descomponen térmicamente dentro del polímero hospedante. (Ver, por ejemplo, J. Zhu, F.M. Uhl, A.B. Morgan, C.A. Wilkie, Chem: Mater., 13, 4649-4654 (2001).)

Por lo tanto, en estos últimos años se ha dedicado atención creciente al desarrollo de compuestos de polímero-grafito para aplicaciones en las que se desea una mejora de la conductividad eléctrica o térmica. El grafito, que igual que la arcilla tiene también estructura de capas, ha demostrado que es un candidato para la sustitución de las arcillas. En el grafito, un material refractario puede proporcionar excelente retardo del fuego para los polímeros. Los nanocompuestos de grafito comprenden también la formación de carbonizaciones, lo que es una ventaja adicional para el retardo del fuego. Además de elevadas conductividades eléctricas, los compuestos de polímero-grafito poseen frecuentemente otras características deseables, tales como resistencia a la corrosión, bajo coste y facilidad de proceso. Dada esta combinación de características, los compuestos de polímero-grafito presentan una atractiva alternativa con respecto a los conductores metálicos en ciertas aplicaciones.

No obstante, existen dificultades en el desarrollo de dichos compuestos. Es decir, si bien se han sintetizado varios tipos de compuestos de intercalación de grafito, solamente se han dado a conocer unos pocos nanocompuestos de grafito-polímero porque las moléculas orgánicas son difíciles de intercalar directamente en estructuras de grafito. Además, los Procedimientos actuales se han demostrado engorrosos en cuanto al tiempo necesario y al coste.

Los procedimientos actuales para preparar grafito exfoliado o intercalado comportan disolventes relativamente poco deseables y condiciones extremas. Por ejemplo, en un procedimiento se prepara un grafito artificial introduciendo ácido sulfúrico en las entrecapas del grafito y calentando rápidamente el grafito a una temperatura comprendida entre 800° y 1.000°C. (Ver, por ejemplo, la patente USA nº 5,482,798, de Mototani y otros, (1996).) El grafito puede ser intercalado por exposición a un reactivo químico apropiado, conocido como "intercalado", que se introduce entre las capas de carbono de la estructura de grafito. El material resultante conocido como capas de grafito intercalado, que comprenden carbono, son apiladas una encima de otra de forma periódica. El calentamiento de las capas de grafito intercaladas a una temperatura suficientemente elevada provoca la exfoliación, que es un incremento brusco de la dimensión perpendicular a las capas de carbono del grafito intercalado, formando estructuras vermiculares o parecidas a gusanos. (Ver, por ejemplo, la patente USA nº 4,946,892 de Chung (1990).) El documento US 20020054995 A1

describe una nanoestructura de grafito creada a partir de grafito natural o sintético utilizando un molino de alta presión. Por lo tanto, sigue existiendo la necesidad de nuevos métodos para la formación de compuestos de polímero y grafito.

Breve resumen de la invención

La presente invención da a conocer de manera general un método para la deslaminación de una estructura de grafito con un agente de recubrimiento solubilizado en un fluido supercrítico. El grafito deslaminado puede ser implementado para reforzar materiales tales como polímeros para conseguir una resistencia mecánica, eléctrica, química y de retardo del fuego, mejoradas, en el polímero.

El método de la invención comprende la difusión de un agente de recubrimiento solubilizado en un fluido supercrítico entre partículas de las capas de una estructura de grafito. El método comprende, además, la despresurización catastrófica del fluido supercrítico para formar partículas de grafito deslaminadas.

En otra realización, la presente invención comprende un método para la preparación de nanocompuestos de grafito-polímero. El método comprende la difusión de estructuras de grafito que tienen enlaces covalentes con un agente de recubrimiento solubilizado en un fluido supercrítico para intercalar el agente de recubrimiento entre las partículas de grafito en capas que tienen enlaces covalentes que definen partículas de grafito en contacto. El método comprende, además, la despresurización catastrófica del fluido supercrítico para exfoliar las partículas de grafito contactadas y reducir la reformación de enlaces covalentes entre ellas. El agente de recubrimiento se precipita del fluido supercrítico y se deposita sobre las partículas de grafito contactadas durante la despresurización, definiendo partículas de grafito deslaminadas. El método comprende, además, la mezcla de partículas de grafito deslaminadas con un polímero para formar nanocompuestos de grafito y polímero.

Otros aspectos, características y ventajas de la invención quedarán evidentes en la siguiente descripción y reivindicaciones adjuntas en relación con los dibujos adjuntos.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una vista en perspectiva de una representación esquemática de la difusión de una estructura de grafito por un agente de recubrimiento solubilizado en un fluido supercrítico;

La figura 2a es una vista en sección de una imagen conceptual de una estructura de grafito antes del proceso con un agente de recubrimiento en un fluido supercrítico, de acuerdo con una realización de la presente invención;

La figura 2b es una vista en sección de una imagen conceptual de la estructura de grafito difundida con un agente de recubrimiento en un fluido supercrítico;

La figura 2c es una vista en sección de una imagen conceptual de la estructura de grafito después de despresurización desde condiciones supercríticas;

La figura 3 es una vista lateral de un sistema de deslaminación de una estructura de grafito, de acuerdo con una realización de la presente invención;

La figura 4 es un gráfico de modelos de difracción por rayos X de estructuras de grafito tratadas y sin tratar; y

La figura 5 es un gráfico de modelos de difracción por rayos X de estructuras de grafito tratadas con un fluido supercrítico, teniendo un agente de recubrimiento a diferentes pesos moleculares.

Descripción detallada de la invención

Un ejemplo de la presente invención comprende un método de deslaminación de una estructura de grafito con un agente de recubrimiento solubilizado en un fluido supercrítico. El método comprende la disposición de estructuras de grafito y proporciona el agente de recubrimiento solubilizado en el fluido supercrítico. En una realización, la estructura de grafito comprende grafito natural y grafito sintético. El grafito adecuado para su utilización en la invención tiene una o varias de las siguientes propiedades: estructuras individuales por capas en forma de polvo, con dimensiones comprendidas aproximadamente entre 0,5 y 3,0 μm , un peso específico aproximado de 2 a 3, temperatura de fusión aproximada de 3600 grados C y un espacio perpendicular entre las capas de 3 a 4 ángstroms.

Tal como es conocido, si una sustancia es calentada y se mantiene por encima de su temperatura crítica, resulta imposible licuarla por presión. Cuando se aplica presión a este sistema se forma una fase única que muestra características fisicoquímicas únicas. Esta fase única es denominada fluido supercrítico y se caracteriza por una temperatura crítica y una presión crítica. Los fluidos supercríticos han ofrecido medios favorables para conseguir propiedades de solvatación que tienen características de gas y de líquido sin cambiar realmente la estructura química. Mediante un control apropiado de la presión y de la temperatura, se puede alcanzar una gama significativa de características fisicoquímicas (densidad, difusividad, constantes dieléctricas, viscosidad) sin pasar por una fase límite, por ejemplo, cambiando de gas a líquido.

ES 2 327 526 T3

El fluido supercrítico de la presente invención es preferentemente dióxido de carbono que puede existir como fluido que tiene características tanto de un líquido como de un gas cuando se encuentra por encima de su temperatura crítica y presión crítica. El dióxido de carbono en sus condiciones supercríticas tiene tanto características gaseosas, siendo capaz de penetrar a través de muchos materiales, y características de líquido, siendo capaz de disolver materiales en sus componentes. Si bien el fluido supercrítico es preferentemente dióxido de carbono, el fluido supercrítico puede comprender otros fluidos adecuados, tales como metano, etano y etileno o mezclas de los mismos.

Un agente de recubrimiento, de acuerdo con la presente invención, comprende compuestos que pueden ser solubilizados en el fluido supercrítico para su difusión entre las capas de grafito. De modo general, el agente de recubrimiento puede comprender polímeros, oligómeros, monómeros y aceites o mezclas de los mismos, solubles en el fluido supercrítico. En una realización, el agente de recubrimiento es poli-(dimetilsiloxano) ("PDMS") que tiene un peso molecular promedio en peso preferentemente entre 30000 y 200000. Otros agentes de recubrimiento adecuados pueden ser utilizados, tales como poli-(tetrafluoroetilén-cohexafluoropropileno), poli-(perfluoropropileno óxido), poli-(dietilsiloxano), poli-(dimetilsilicona), poli-(penilmethylsilicona), perfluoroalquilpoliéteres, clorotrifluoroetileno y bromotrifluoroetileno.

Las estructuras de grafito y el agente de recubrimiento son colocados preferentemente en un compartimiento de un recipiente sometido a alta presión aislable de la atmósfera. En esta realización, las estructuras de grafito comprenden aproximadamente de 23 a 83% en peso y el agente de recubrimiento comprende aproximadamente de 77 a 17% en peso de material situado en el recipiente. La proporción de peso de las estructuras de grafito con respecto al agente de recubrimiento es preferentemente, como mínimo, de 1:10. A continuación, el compartimiento es cerrado de forma estanca con respecto a la atmósfera. El compartimiento puede ser aislado por cualesquiera medios convencionales.

Cuando se utiliza dióxido de carbono, se introduce dióxido de carbono a alta presión en el compartimiento y se eleva la presión en el recipiente por encima de 1.050 a 10.000 libras por pulgada cuadrada (psig) aproximadamente (7,24 a 68,95 MPa), y preferentemente por encima de aproximadamente 1100 psig (7,58 MPa). A continuación, se aplica calor al recipiente para calentarlo a una temperatura superior aproximadamente a 40-150°C, y preferentemente por encima de unos 70 grados C. Estas condiciones definen un estado supercrítico del dióxido de carbono, de manera que el agente de recubrimiento se solubiliza en el dióxido de carbono supercrítico. No obstante, se pueden utilizar otros rangos para otros fluidos supercríticos. El someter a presión y calentar las estructuras con el fluido supercrítico se puede conseguir por cualesquiera medios convencionales.

Cuando el agente de recubrimiento se solubiliza en el fluido supercrítico, el agente de recubrimiento se difunde entre las partículas de grafito, definiendo partículas de grafito en contacto. Se debe comprender que el término "se difunde" que se ha citado puede ser igualado a "se expande" o "se hincha" con respecto al agente de recubrimiento y las partículas de grafito. En esta realización, los recipientes son calentados por cualquier camisa de calentamiento convencional o elemento de calentamiento eléctrico dispuesto alrededor del recipiente. Además, la difusión del agente de recubrimiento entre las partículas de grafito comprende el mantenimiento de la difusión durante un tiempo aproximado de 10 minutos a 24 horas en condiciones supercríticas, y preferentemente unas 3 horas, para producir partículas de grafito en contacto.

El método comprende además eliminar de manera catastrófica la presión de las partículas de grafito en contacto para precipitar el agente de recubrimiento del fluido supercrítico y para depositar dicho agente de recubrimiento sobre las partículas de grafito en contacto, definiendo partículas de grafito deslaminadas. Durante dicha eliminación catastrófica de la presión, el fluido supercrítico se expande, lo que intercala mecánicamente las capas de grafito y el agente de recubrimiento se precipita del fluido supercrítico sobre dichas capas. Después de la eliminación catastrófica de la presión, las partículas de grafito en contacto son exfoliadas o intercaladas, de manera que las partículas se encuentran sustancialmente deslaminadas y desordenadas.

En esta realización, la eliminación de la presión o despresurización comprende la despresurización inmediata del recipiente hasta una presión considerablemente más baja, preferentemente la presión ambiente. Esto se puede conseguir en un periodo de tiempo comprendido aproximadamente entre 5 y 30 segundos, y preferentemente de unos 15 segundos. En esta realización, ello se consigue al despresurizar el grafito en contacto a una velocidad aproximada de 0,1 a 5,0 mililitros por segundo, y preferentemente 3,0 mililitros por segundo. La disminución de la presión se puede conseguir abriendo el compartimiento a la atmósfera. En esta realización, al tener lugar la despresurización, se interrumpe el calentamiento reduciendo, por lo tanto, la temperatura de las partículas. Al tener lugar la despresurización inmediata, las partículas de grafito son deslaminadas o dispersadas sustancialmente de forma individual separadas entre sí.

Si bien no se desea quedar limitado por ninguna teoría específica, se cree que la baja viscosidad y la elevada capacidad de difusión del fluido supercrítico permiten que el agente de recubrimiento solubilizado en el mismo quede dispuesto o intercalado entre las capas de las estructuras de grafito durante los estados supercríticos, proporcionando un incremento de separación entre capas. Se cree además que al tener lugar la despresurización, el fluido supercrítico dispuesto intersticialmente entre las partículas fuerza a dichas partículas a exfoliarse o deslaminarse unas de otras, y el agente de recubrimiento previamente solubilizado en el fluido supercrítico precipita de las mismas para depositarse sobre las partículas de grafito en contacto, impidiendo la nueva formación de enlaces covalentes entre las partículas. Es decir, el agente de recubrimiento precipita del fluido supercrítico y se fija a las partículas de grafito. De este modo, resulta una cantidad dispersada de forma sustancialmente uniforme de partículas de grafito deslaminadas.

Después de ello, las partículas de grafito deslaminadas se pueden preparar para su utilización en varias aplicaciones. Por ejemplo, el grafito deslaminado puede ser mezclado o incorporado con un polímero para formar nanocompuestos de grafito-polímero que tienen una elevada área superficial de contacto entre las partículas de grafito y el polímero. Los nanocompuestos de grafito-polímero pueden comprender entre 0,1 y 40% en peso aproximadamente de grafito. Además, el grafito contenido en los nanocompuestos de grafito-polímero tiene una relación relativamente alta de área superficial a peso. El área superficial elevada favorece sustancialmente el polímero por el incremento de interacciones interfaciales teniendo simultáneamente poco peso añadido. Se ha descubierto que los polímeros reforzados con grafito deslaminado proporcionan características sustancialmente incrementadas de tipo químico, conductividad térmica, retardo del fuego y mecánicas junto con bajos tiempos de fabricación y costes reducidos.

El polímero puede ser cualquier polímero adecuado, tal como los siguientes plásticos: cloruro de polivinilo (PVC), polietileno tereftalato, poliácronitrilo, polietileno de alta densidad (HDPE), polietileno tereftalato (PETE), polietileno trifalato (PET), policarbonato, poliolefinas, polipropileno, poliestireno, polietileno de baja densidad (LDPE), polibutileno tereftalato, etileno-vinil acetato, acrílico-estireno-acrilonitrilo, melamina y urea formaldehído, poliuretano, acrilonitrilo-butadieno-estireno, fenólico, polibutileno, poliéster, cloruro de polivinilo clorado, polifenilén óxido, resinas epoxi, poliacrílicos, polimetil metacrilato, acetales, acrílicos, resinas amino celulósicas, poliamidas, fenol formaldehído, nailon o politetrafluoroetileno.

Los nanocompuestos de grafito-polímero, tales como los que se han descrito, pueden ser fabricados disponiendo las partículas de grafito deslaminadas y el polímero en un mezclador. El mezclador puede ser cualquier mezclador convencional, extrusionador, máquina de molde por inyección, conocidos en la técnica, que ha sido utilizado para mezclar partículas de refuerzo finalmente divididas con polímero para formar nanocompuestos de grafito-polímero.

La figura 1 muestra una representación esquemática de una estructura de grafito (110) antes de la difusión del agente de recubrimiento del fluido supercrítico entre las partículas de grafito y después de la difusión del agente de recubrimiento en el fluido supercrítico entre las partículas de grafito. La figura 1 muestra partículas dispuestas en capas (112) con afinidad mediante enlaces covalentes (120) de forma intermedia. Después de solubilización en el fluido supercrítico, los agentes de recubrimiento (123) se difunden entre las partículas en capas (112). Esto puede ser indicado también como "hinchamiento" o "expansión" de la estructura de grafito con el fluido supercrítico para intercalar el agente de recubrimiento entre las partículas de grafito en capas. Tal como se ha mostrado, la difusión del agente de recubrimiento o el hinchamiento entre las partículas de grafito aumenta al incrementarse la concentración de agente de recubrimiento dentro del fluido supercrítico.

Las figuras 2a-2c muestran imágenes conceptuales del proceso del fluido supercrítico de las partículas de grafito. La figura 2a muestra partículas de grafito en capas (210) de estructuras de grafito antes de su difusión por el agente de recubrimiento en el fluido supercrítico. Tal como se ha mencionado, las partículas (210) de grafito en capas están retenidas entre sí por enlaces covalentes. La figura 2b muestra partículas (220) de grafito contactado difundidas por el agente de recubrimiento (224) en el fluido supercrítico (222) entre las partículas de grafito contactado. La figura 2c muestra las partículas de grafito deslaminado (230) después de la despresurización catastrófica en la que el agente de recubrimiento (224) es precipitado del fluido supercrítico (222) y depositado sobre las partículas de grafito deslaminado (230).

Tal como se ha mostrado en la figura 3, el método mencionado en lo anterior puede ser completado con la utilización de una serie de aparatos. En esta realización, un sistema (310) comprende un recipiente sometido a elevada presión (312) con una camisa de calentamiento (314) y un controlador de temperatura (316). El recipiente (312) puede ser cualquier recipiente de presión convencional configurado para recibir partículas de grafito y un agente de recubrimiento (313), preferentemente, pero no necesariamente, en una membrana porosa (317) y fluido supercrítico procedente de cualquier fuente convencional. El recipiente (312) tiene la capacidad de mantener alta presión y alta temperatura en su interior. En una realización preferente, el recipiente (312) comprende un compartimiento aislable (318) que recibe estructuras de grafito y el agente de recubrimiento (313), y aberturas hacia la atmósfera por cualquier medio adecuado, tal como una válvula de bola. El sistema (310) puede comprender además una tapa superior desmontable (320) para permitir la colocación de las estructuras de grafito y el agente de recubrimiento en el recipiente (312). De este modo, la tapa desmontable (320) puede comprender un anillo y abrazaderas de seguridad (322) para fijar la tapa al recipiente. El sistema (310) puede comprender además tuberías para una entrada (323) de fluido supercrítico y una salida (325) para el mismo. Además, el sistema puede comprender también cualquier mecanismo adecuado de despresurización, tal como una válvula de salida (326), capaz de liberar presión del recipiente. La fuente de fluido supercrítico puede ser cualquier fuente convencional de fluido, tal como un cilindro de gas a alta presión que contiene el fluido escogido.

Tal como se ha mencionado en lo anterior, se puede utilizar un mezclador para mezclar las partículas de grafito deslaminadas con un polímero para formar nanocompuestos de grafito-polímero. El mezclador (no mostrado) puede ser cualquier sistema convencional, por ejemplo, un extrusionador o una máquina de moldeo por inyección, configurados para recibir partículas de grafito deslaminadas y un polímero en el que las partículas de grafito deslaminadas son mezcladas y mediante las cuales se producen nanocompuestos de grafito-polímero.

La figura 4 muestra un gráfico de modelos de difracción de rayos X (410) de muestras de grafito tratadas y sin tratar. Tal como se ha mostrado, el gráfico (412) de grafito sin tratar sin el agente de recubrimiento (PDMS) proporciona un pico bien definido indicando una estructura de grafito en capas sustancialmente ordenada. Por otra parte, los gráficos

(414) y (416) de partículas de grafito deslaminadas proporcionan gráficos de difracción más difundidos y ensanchados, indicando una morfología desordenada. El gráfico (414) es un gráfico de difracción de rayos X de partículas de grafito deslaminadas con PDMS a un peso molecular promedio en peso de 170300. El gráfico (416) es un gráfico de difracción por rayos X de partículas de grafito deslaminadas con PDMS a un peso molecular promedio en peso de 90200.

La figura 5 muestra un gráfico de difracción por rayos X (510) de muestras de partículas de grafito tratadas con fluido supercrítico con diferentes pesos moleculares promedio en peso del agente de recubrimiento. El gráfico (514) es el gráfico por difracción de rayos X utilizando PDMS a un peso molecular promedio en peso de 90200, y el gráfico (516) es el gráfico por difracción de rayos X utilizando PDMS a un peso molecular promedio en peso de 170300. Tal como se ha mostrado, los gráficos (514) y (516) indican que un peso molecular de PDMS de 90200 proporciona una morfología más desordenada que un peso molecular promedio en peso de PDMS de 170300.

En su utilización, los nanocompuestos de grafito-polímero pueden ser aplicados para formar piezas interiores y exteriores de un vehículo, por ejemplo, paneles de acabado interior, requiriendo menos peso que una pieza típica de vehículo fabricada por las técnicas anteriores. Los nanocompuestos de grafito-polímero de la presente invención permiten fabricar piezas relativamente más ligeras que las piezas anteriormente conocidas, proporcionando las mismas o mejores características mecánicas. Además, los nanocompuestos de grafito-polímero que contienen las partículas de grafito deslaminadas experimentan una conductividad térmica incrementada del polímero. Los nanocompuestos de grafito-polímero mejoran también el retardo del fuego. Adicionalmente, debido a las características dimensionales de las partículas, también se mejoran las características barrera del polímero, proporcionando una mejor resistencia a la permeación. Esto proporciona la capacidad de utilizar dichos nanocompuestos de grafito-polímero como productos barrera, por ejemplo, en depósitos de combustible. Además, debido también a las características dimensionales de las partículas, se mejoran las características de resistencia al rayado de los polímeros, proporcionando una menor manifestación de rayadas o marcas sobre un producto.

Asimismo, el grafito deslaminado, de acuerdo con la presente invención, puede ser utilizado en otras aplicaciones, además del refuerzo de polímeros. Por ejemplo, el grafito deslaminado puede ser utilizado en soportes de catalizadores y partículas coloidales anisotrópicas, entre otros.

Ejemplo

Este ejemplo indica un método de deslaminación de estructuras de grafito a utilizar en la mejora de las características de polímeros. En este ejemplo, una muestra de grafito sintético en forma de polvo seco, dióxido de carbono gaseoso a alta presión, y una muestra de PDMS con un peso molecular promedio en peso de 90200 intervinieron en el proceso. La muestra de grafito sintético comprendía aproximadamente 2,0 g de 1 a 2 μm de estructuras de grafito. Las estructuras de grafito comprendían partículas en capas que tenían una separación perpendicular entre sí comprendida entre 3 y 4 ángstroms aproximadamente. La relación de peso del grafito al PDMS era aproximadamente de 1:1. Las muestras de estructuras de grafito y PDMS fueron colocadas en un vial de vidrio. Se utilizó una membrana porosa como tapa para cerrar el vial de vidrio. El vial de vidrio, conteniendo las estructuras de grafito y el PDMS, fue situado en un recipiente de unos 100 mililitros de compartimiento único a alta presión. El recipiente fue capaz de ser aislado con respecto a la atmósfera mediante abrazaderas de seguridad y anillo. El recipiente se encontraba en comunicación de fluido con el dióxido de carbono a alta presión mediante tuberías y con limitación por medio de válvulas. Una camisa de calefacción fue dispuesta alrededor del recipiente para conseguir y mantener la temperatura crítica del dióxido de carbono.

Cuando el recipiente fue aislado, el dióxido de carbono a alta presión fue introducido en su interior y mantenido aproximadamente a 1100 psig (7,58 MPa). A continuación, el recipiente fue calentado aproximadamente a 70°C a cuya temperatura se alcanzaron las condiciones supercríticas del dióxido de carbono y se mantuvieron durante unas 3 horas, solubilizando, de esta manera, el PDMS en el dióxido de carbono y difundiendo entre partículas de grafito con el PDMS dentro del dióxido de carbono supercrítico.

Después de unas 3 horas, el recipiente fue despresurizado inmediatamente a una velocidad de unos 3 mililitros por segundo, reduciendo, por lo tanto, de forma catastrófica, la presión dentro del recipiente. Esto se consiguió abriendo una válvula conectada de salida del recipiente. Como resultado de ello, se formaron partículas de grafito deslaminadas con PDMS precipitado y depositado sobre las partículas de grafito deslaminadas.

REIVINDICACIONES

1. Método de deslaminado de una estructura de grafito que consiste en partículas de grafito en capas, cuyo Proce-

la difusión de un agente de recubrimiento solubilizado en un fluido supercrítico entre partículas en láminas de una estructura de grafito durante un tiempo comprendido entre 10 minutos y 24 horas aproximadamente en condiciones supercríticas, para intercalar el agente de recubrimiento entre las partículas de grafito en capas definiendo partículas de grafito contactadas; y

despresurizar, de manera catastrófica, el fluido supercrítico en un periodo de tiempo comprendido entre 5 y 30 segundos aproximadamente a temperatura ambiente, para formar partículas de grafito deslaminadas.

2. Procedimiento, según la reivindicación 1, que comprende además la mezcla de las partículas de grafito deslaminadas con un polímero para formar nanocompuestos de grafito-polímero.

3. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el fluido supercrítico comprende dióxido de carbono, amoníaco, metano, etano o etileno, o una mezcla de los mismos.

4. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el agente de recubrimiento comprende un polímero, un oligómero, un monómero o un aceite, o una mezcla de los mismos.

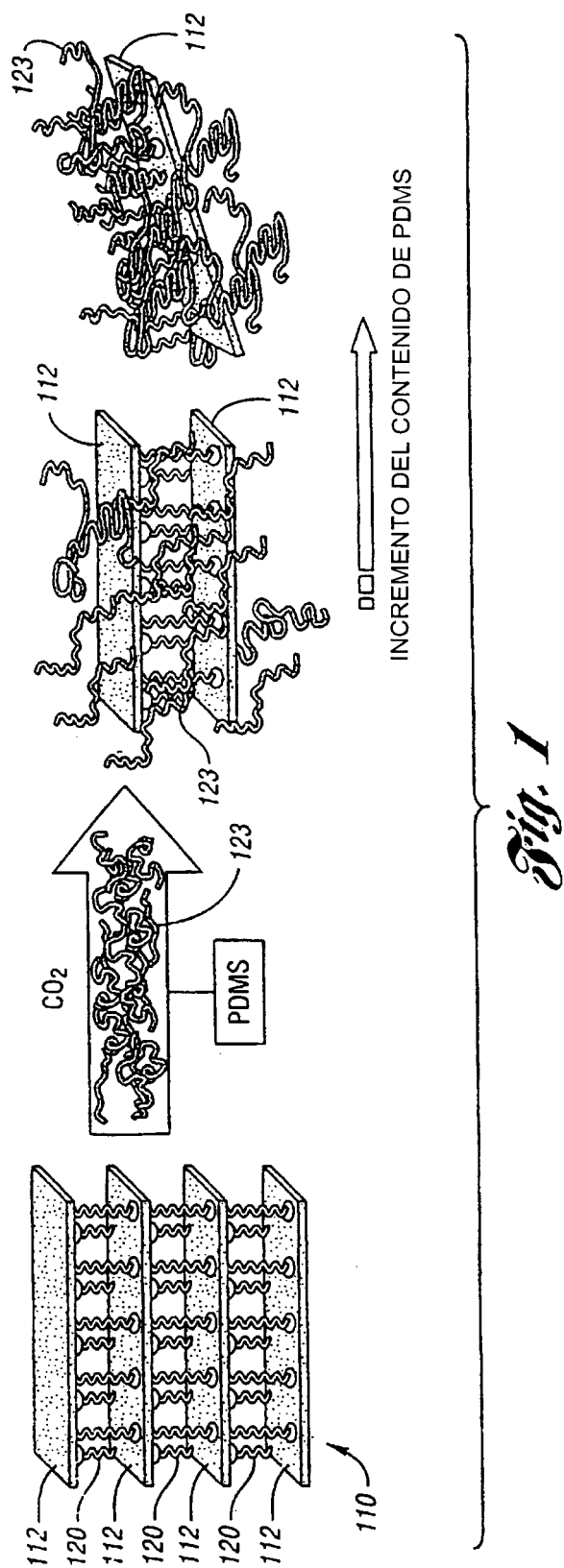
5. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que el agente de recubrimiento es polidimetilsiloxano que tiene un peso molecular promedio en peso comprendido aproximadamente entre 30000 y 200000.

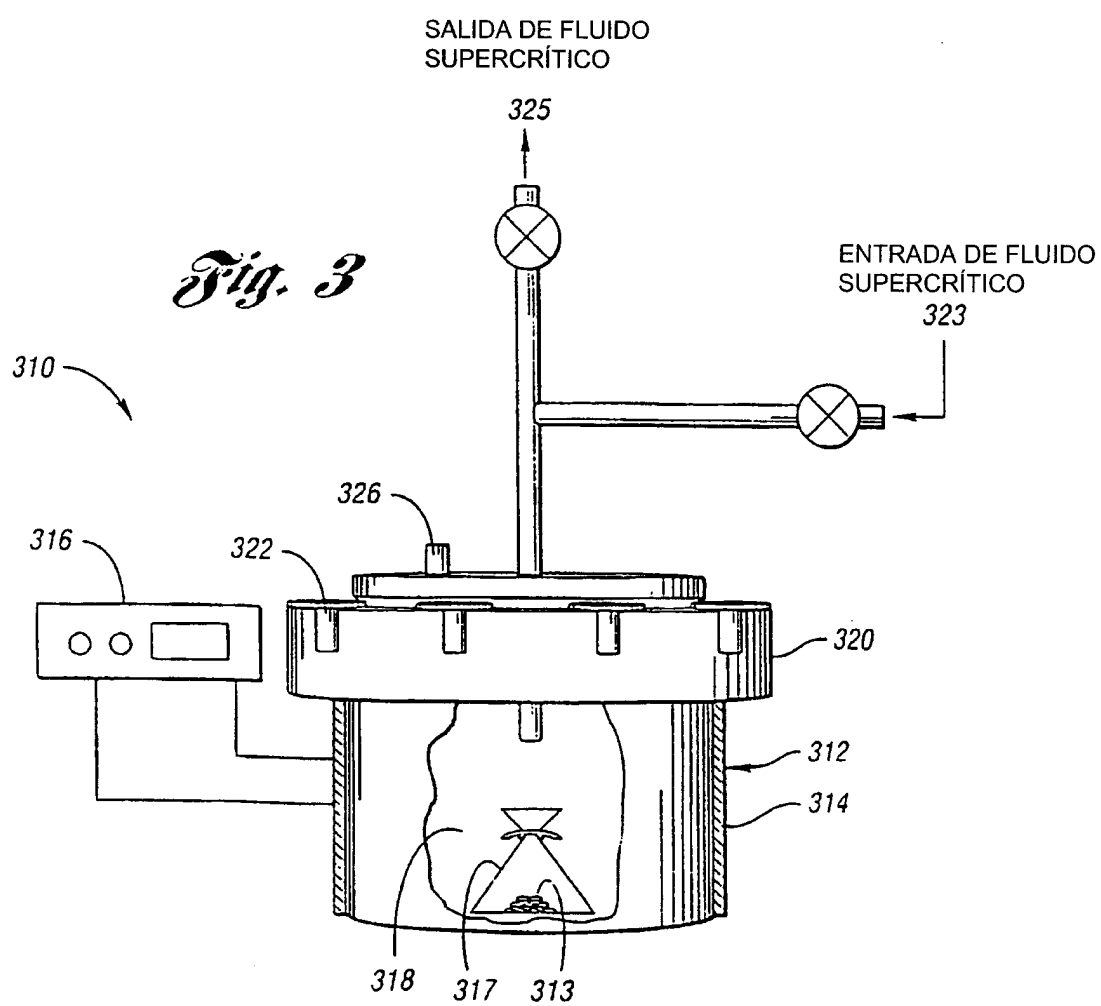
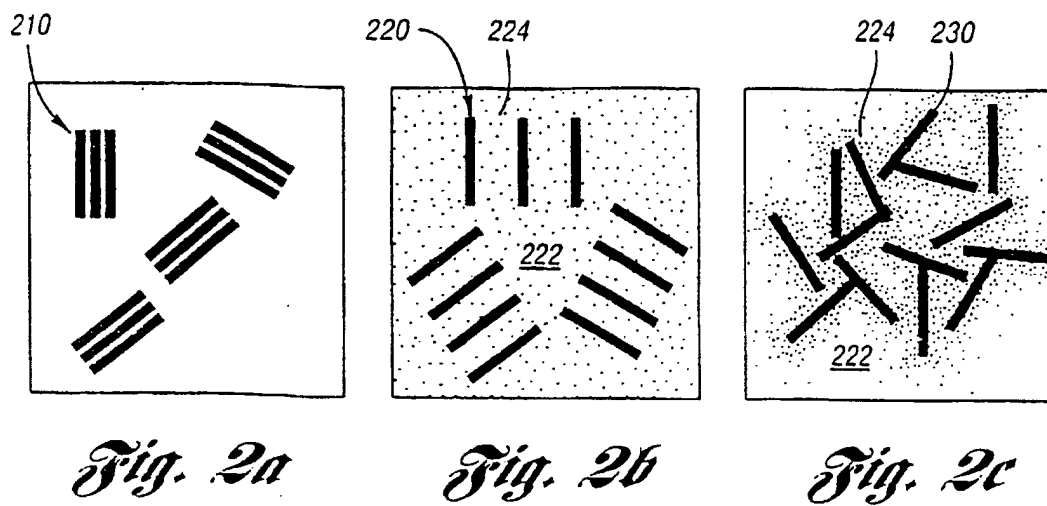
6. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la estructura de grafito comprende grafito natural y grafito sintético.

7. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la estructura de grafito adopta la forma de polvo con un tamaño promedio de partículas comprendido aproximadamente entre 0,5 y 3 μm .

8. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que las partículas en capa son retenidas entre sí, y en el que la despresurización catastrófica de las partículas de grafito contactadas comprende el exfoliado de las partículas en capas de contacto y reducir la nueva formación.

9. Procedimiento, según la reivindicación 1, en el que la proporción en peso de la estructura de grafito con respecto al agente de recubrimiento es, como mínimo, de 1:10.





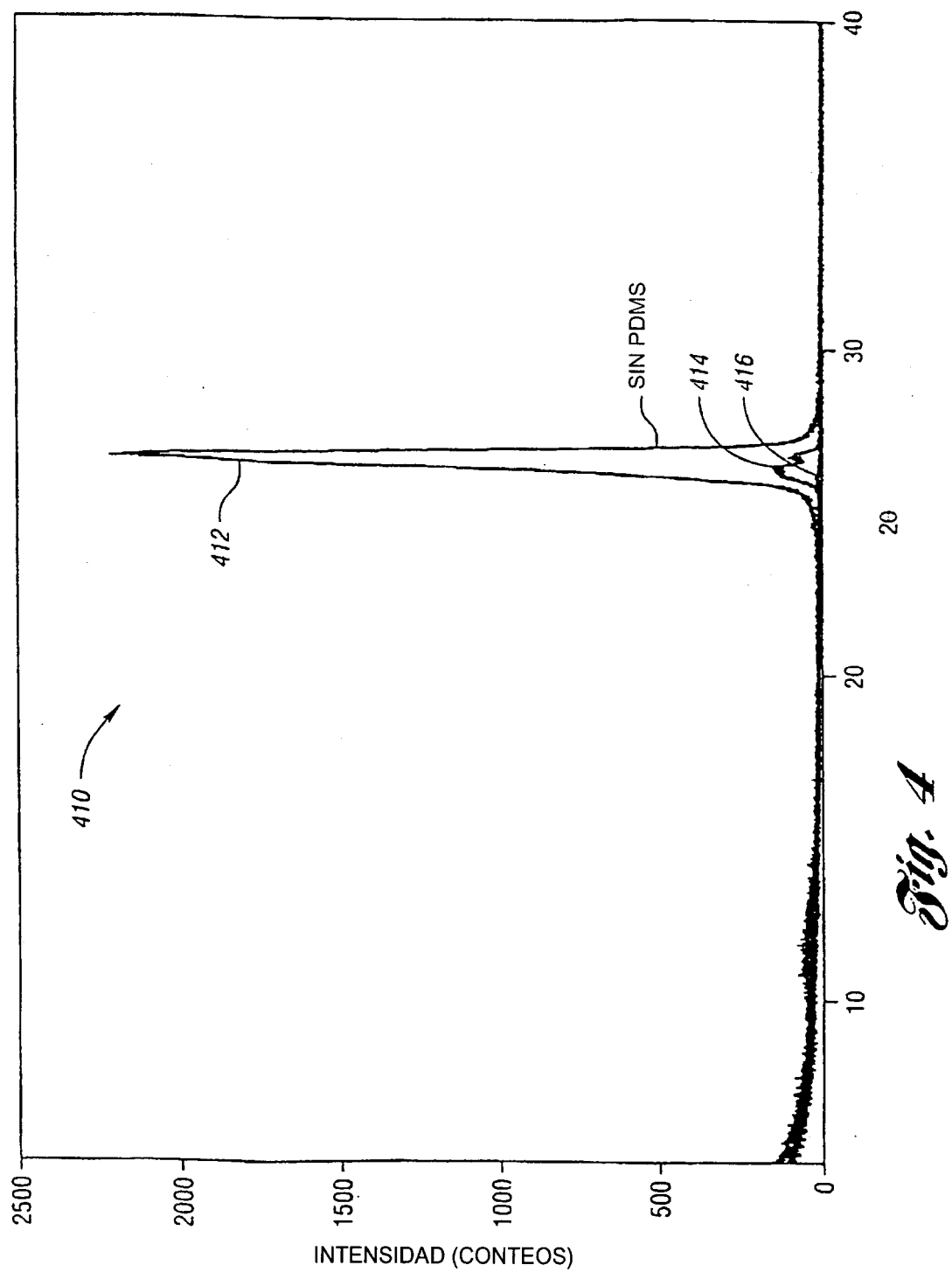


Fig. 4

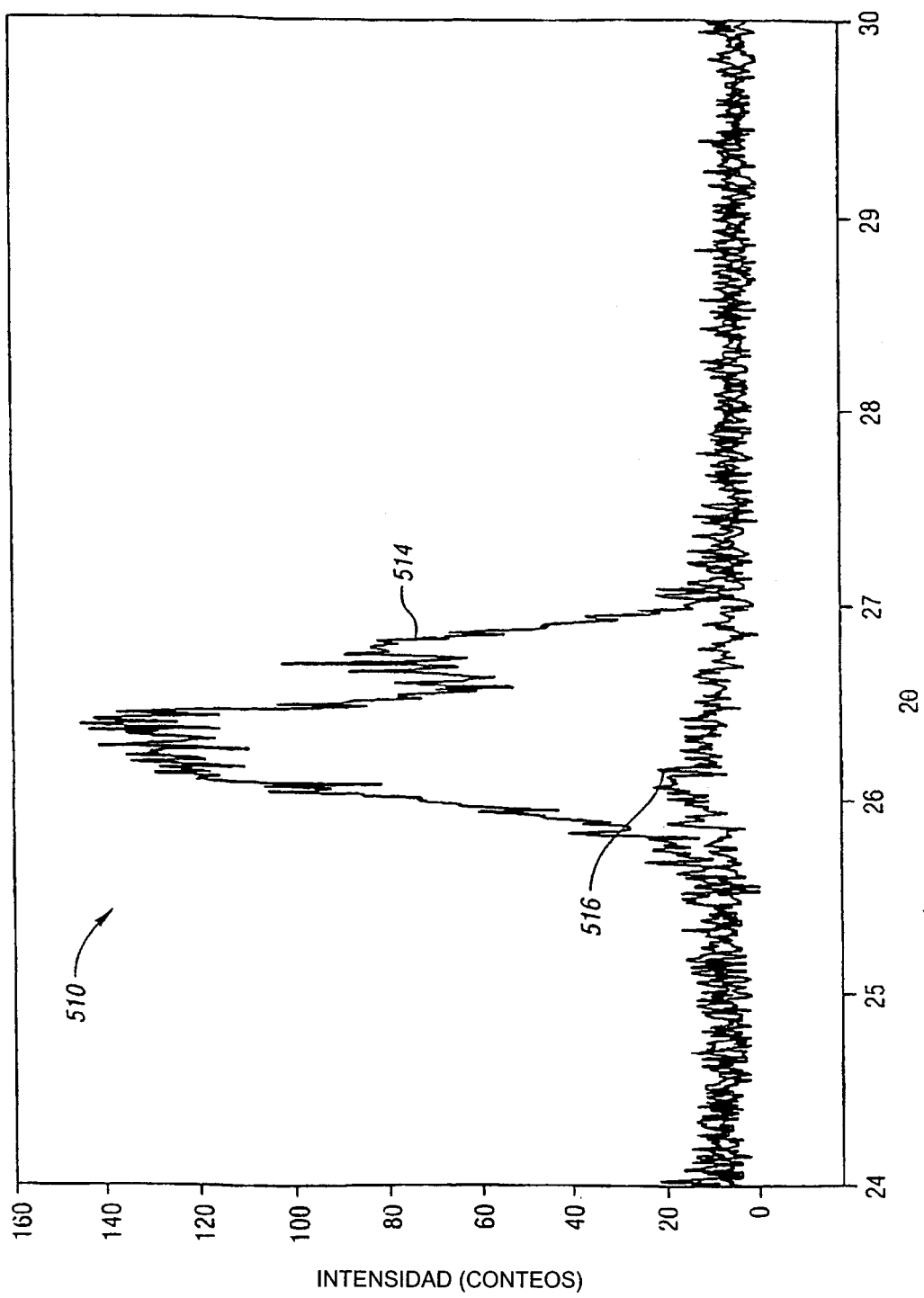


Fig. 5