Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial

SE
SECRETARÍA DE ECONOMÍA

TÍTULO DE PATENTE NO. 323756

Titular(es):	NANOSOLUCIONES S.A. DE C.V.; CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN QUÍMICA APLICADA
Domicilio:	Canal de la Mancha 2800, Col. Francisco I. Madero, 52172, Metepec, Estado de México, MÉXICO
Denominación:	PROCESO CONTINUO ASISTIDO POR ULTRASONIDO DE FRECUENCIA Y AMPLITUD VARIABLE, PARA LA PREPARACION DE NANOCOMPUESTOS A BASE DE POLIMEROS Y NANOPARTICULAS.
Clasificación:	Int.Cl.8: B29B7/30; B29B7/80; C08J5/00; C08J5/02
Inventor(es):	CARLOS ALBERTO ÁVILA ORTA; JUAN GUILLERMO MARTÍNEZ COLUNGA; DARÍO BUENO BAQUÉS; CRISTINA ELIZABETH RAUDRY LÓPEZ; VÍCTOR JAVIER CRUZ DELGADO; PABLO GONZÁLEZ MORONES; JANETT ANAID VALDEZ GARZA; MARÍA ELENA ESPARZA JUÁREZ; CARLOS JOSÉ ESPINOZA GONZÁLEZ; JOSÉ ALBERTO RODRÍGUEZ GONZÁLEZ

SOLICITUD

Número:	Fecha de presentación:	Hora:
MX/a/2009/003842	8 de abril de 2009	15:39

PRIORIDAD

País:	Fecha:	Número:

Vigencia: Veinte años

Fecha de Vencimiento: 8 de abril de 2029

La patente de referencia se otorga con fundamento en los artículos 1º, 2º fracción V, 6º fracción III, y 59 de la Ley de la Propiedad Industrial.

De conformidad con el artículo 23 de la Ley de la Propiedad Industrial, la presente patente tiene una vigencia de veinte años improrrogables, contada a partir de la fecha de presentación de la solicitud y estará sujeta al pago de la tarifa para mantener vigentes los derechos.

Quien suscribe el presente título lo hace con fundamento en lo dispuesto por los artículos 6º fracciones III y 7º bis 2 de la Ley de la Propiedad Industrial (Diario Oficial de la Federación (D.O.F.) 27/06/1991, reformada el 02/08/1994, 25/10/1996, 26/12/1997, 17/05/1999, 26/01/2004, 16/06/2005, 25/01/2006, 06/05/2009,06/01/2010, 18/06/2010, 28/06/2010, 27/01/2012 y 09/04/2012); artículos 1º, 3º fracción V inciso a), sub inciso iii) 4º y 12º fracciones I y III del Reglamento del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial (D.O.F. 14/12/1999, reformado el 01/07/2002, 15/07/2004, 28/07/2004 y 7/09/2007); artículos 1º, 3º, 4º, 5º fracción V inciso a), sub inciso iii), 16 fracciones I y III y 30 del Estatuto Orgánico del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial (D.O.F. 27/12/1999, reformado el 10/10/2002, 29/07/2004, 04/08/2004 y 13/09/2007); 1º, 3º y 5º inciso a) y antepenúltimo párrafo del Acuerdo que delega facultades en los Directores Generales Adjuntos, Coordinador, Directores Divisionales, Titulares de las Oficinas Regionales, Subdirectores Divisionales, Coordinadores Departamentales y otros subalternos del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial. (D.O.F. 15/12/1999, reformado el 04/02/2000, 29/07/2004, 04/08/2004 y 13/09/2007).

Fecha de expedición: 19 de septiembre de 2014

SUBDIRECTOR DIVISIONAL DE EXAMEN DE FONDO DE PATENTES, ÁREAS MECÁNICA, ELÉCTRICA Y DE REGISTROS DE DISEÑOS INDUSTRIALES Y MODELOS DE UTILIDAD

PEDRO DAVID FRAGOSO LÓPEZ

Arenal No. 550, Piso 1,
Col. Pueblo Santa María Tepepan,
Delegación Xochimilco,
C.P. 16020, México, D. F.
Tel. (55) 53 34 07 00 www.impi.gob.mx

MX/2014/90345

PROCESO CONTINUO ASISTIDO POR ULTRASONIDO DE FRECUENCIA Y AMPLITUD VARIABLE, PARA LA PREPARACION DE NANOCOMPUESTOS A BASE DE POLIMEROS Y NANOPARTICULAS

CAMPO DE LA INVENCIÓN

En la presente invención se describe un proceso continuo de mezclado/extrusión, asistido por ondas de ultrasonido variables en frecuencia y amplitud, para la preparación de nanocompuestos mediante la dispersión de nanopartículas en matrices de polímeros. Se describe también, la aplicación de estos en el área biomédica, óptica, electrónica, electromagnética, materiales semiconductores y resistentes a la degradación mecánica y térmica.

ANTECEDENTES

La nanotecnología ha englobado diferentes campos de la ciencia y la tecnología que estudian y/o manipulan de manera controlada sustancias, materiales y dispositivos a escala nanométrica (1nm = 10^{-9} m). En particular, la incorporación de nanopartículas en matrices de polímeros, es un campo de actual interés para la ingeniería de materiales, dados sus usos en diversas áreas de aplicación. Entre ellas se pueden mencionar las aplicaciones en la industria automotriz, biomédica, óptica, electrónica y materiales semi-conductores. De hecho, la disponibilidad de nuevas estrategias para la obtención de nanocompuestos, así como de herramientas para su caracterización y manipulación, han dado lugar a un crecimiento explosivo de esta área.

En principio, las nanoparticulas son nano-objetos en los cuales por lo menos una de sus dimensiones se encuentran dentro de la escala nanométrica. Sus propiedades difieren significativamente de las de su estado a granel, debido a que poseen un mayor porcentaje de átomos en la superficie, los cuales son más activos que las que se encuentran en el interior. La gran variedad de propiedades biomédicas, ópticas, electrónicas, electromagnéticas, resistencia a degradación térmica y mecánica, las hace atractivas para preparar polímeros reforzados con

nanopartículas homogéneamente dispersas, denominados nanocompuestos poliméricos, con propiedades mejoradas y características funcionales.

El mejoramiento de estas propiedades solamente se puede obtener si se logra una dispersión homogénea de las nanopartículas que permita una adecuada interacción con la matriz polimérica. Se han utilizado diversos métodos tanto físicos, químicos, como físico-químicos, a fin de alcanzar las propiedades antes descritas. Entre estos métodos, se encuentra la modificación química de nanopartículas en solución o con plasma y su posterior mezclado en una solución polimérica o en un polímero fundido mediante extrusión, procesos de polimerización *in-situ*, el mezclado por extrusión de nanopartículas con polímeros químicamente modificados, entre otros. De manera particular, con la utilización de procesos en solución se logra alcanzar un alto grado de dispersión de las nanopartículas, sin embargo el uso y manejo de solventes químicos durante el proceso, hacen que estos métodos no sean amigables al medio ambiente.

Por otro lado, en la preparación de nanocompuestos empleando el mezclado en fundido, se requiere la aplicación de esfuerzos de corte para romper los aglomerados de nanopartículas. Sin embargo, la aplicación de altos esfuerzos de corte representa un problema técnico, debido a que puede ocasionar modificaciones no deseadas en la nanopartícula, comprometiendo su estructura y perdiendo así las propiedades deseadas. Por otro lado, si los esfuerzos de corte aplicados son bajos, no se logrará la ruptura de dichos aglomerados, y por ende no se logrará alcanzar una dispersión homogénea de las nanopartículas. Desde la perspectiva mundial actual, situaciones como la carencia del petróleo, el calentamiento global, etc, generan la necesidad de procesos viables desde el punto de vista técnico, económico y amigable al ambiente, tal y como el desarrollado en esta invención.

Recientemente, el empleo de ondas de ultrasonido en procesos libres de solvente como el proceso de mezclado/extrusión en fundido, ha permitido obtener nanocompuestos con nanopartículas homogéneamente dispersas y con concentraciones de hasta un 30% en peso de la mezcla polímero/nanopartícula,

reduciendo considerablemente los efectos de la utilización de altos esfuerzos de corte para la dispersión de las nanopartículas descritos con anterioridad. En la patentes US2006/0148959 y la WO2007/145918, se describe un proceso continuo de mezclado por extrusión asistida por ondas de ultrasonido para la preparación de nanocompuestos poliméricos. En este proceso, el material es fundido a medida que es transportado a lo largo de la cámara de extrusión utilizando un monohusillo ó doble husillo. Posteriormente, el material fundido entra a una zona de presurizado en la que se le aplican ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud constantes, estáticas ó fijas durante el tiempo de residencia en esta zona, transfiriéndole así una determinada potencia fija al medio, considerándose entonces como un sistema ultrasónico estático. El material ultrasonificado, sale por el extremo del equipo y es posteriormente enfriado y peletizado. Sin embargo, el uso de sistemas ultrasónicos estáticos limita la eficiencia de la dispersión, ya que las propiedades físicas del medio como la longitud de las cadenas poliméricas, la distribución de tamaño tanto de las nanopartículas como de los aglomerados son heterogéneas y además, cambian al entrar en contacto con las ondas de ultrasonido limitando su acoplamiento con el medio y, por consiguiente la transferencia adecuada de potencia, representando un problema técnico adicional al descrito anteriormente. En consecuencia, el proceso en discusión da paso a que solamente puedan obtenerse nanocompuestos con una concentración de nanopartículas de hasta 20% y 30% en peso de la composición polímero/nanopartículas, para la WO2007/145918 y la US2006/0148959 respectivamente. Es decir, estos procesos resuelven parcialmente el problema técnico existente descrito con anterioridad, ya que en la práctica es deseable procesar materiales partiendo de nanocompuestos con una concentración elevada de nanopartículas de hasta un 60% en peso.

De lo anterior, se deriva entonces la limitante existente y por consiguiente el motivo por el cual esta invención fue hecha: El choque de ondas de ultrasonido con la matriz polimérica cambia las propiedades locales de esta, tales como la viscosidad, el ordenamiento molecular, etc, promoviendo la dispersión de las

nanopartículas. Sin embargo, al cambiar las propiedades del medio esta misma frecuencia y, por lo tanto, la transferencia de potencia, ya no es eficiente para continuar dispersando las nanopartículas, lo que hace necesario aplicar una mayor frecuencia que aumente la transferencia de potencia y promueva una mayor dispersión de las nanoparticulas. Sin embargo, en un momento dado puede repetirse el caso, por lo que se hace necesario cambiar nuevamente la frecuencia y consecuentemente la potencia, y así sucesivamente.

Como una alternativa a las necesidades descritas anteriormente, en la presente invención se describe el uso de sistemas dinámicos de ondas de ultrasonido, los cuales consisten en la aplicación de ondas ultrasónicas de diferente frecuencia y amplitud dentro de un intervalo determinado de frecuencias, es decir, barridos de frecuencias. Esto con el fin de acoplar ondas con diferentes frecuencias a las heterogeneidades del medio, ayudando a destruir aglomerados de diferente tamaño, obteniendo así una dispersión eficiente de las nanopartículas.

Adicionalmente, la transferencia de potencia al medio durante la aplicación de ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud constante, estática o fija, se dificulta aún mas cuando el polímero fundido posee una alta presión como consecuencia del paso de este material por una zona de presurizado y el alto contenido de nanopartículas de hasta 30% en peso, como se describe en las solicitudes de patente US2006/0148959 y WO2007/145918, influyendo de modo negativo en la eficiente dispersión de las nanopartículas a concentraciones mayores del 30% en peso. Lo anterior contrasta significativamente con la presente invención, en la que el efecto combinado de la aplicación de ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable cuando el polímero fundido experimenta una despresurización, como la presentada pero no limita cuando este pasa de una zona de presurizado zona de paso ó canal estrecho a una zona de despresurizado ó zona de paso ó canal ancho, favorece la transferencia de potencia variable al medio, la cual permite procesar nanocompuestos conteniendo nanopartículas homogéneamente dispersas a concentraciones mucho mayores al 30%, que la presentada en las solicitudes de patente US2006/0148959 y WO2007/145918. En la práctica, es

deseable procesar materiales partiendo de nanocompuestos con una concentración elevada de nanopartículas de hasta un 60% en peso.

En resumen, la utilización de procesos continuos de mezclado/extrusión en fundido asistido por ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud fija, para la dispersión homogénea de las nanopartículas en matrices poliméricas, son conocidas en el arte previo. Sin embargo, a la fecha no se ha descrito la utilización de procesos continuos de mezclado/extrusión en fundido asistidos por ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable, que permitan procesar nanocompuestos poliméricos con una concentración de nanopartículas mucho mayor al 30% en peso. La presente invención, comprende un proceso continuo de mezclado/extrusión en fundido para la preparación de nanocompuestos a base de polímeros y nanopartículas, utilizando ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable que permite la dispersión homogénea de nanopartículas, aún a concentraciones mucho mayores al 30% en peso.

La utilización de ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable a la mezcla polímero/nanopartículas, en una etapa de despresurización del fundido, incrementa significativamente el grado de dispersión de las nanopartículas incluso a concentraciones mucho mayores al 30% en peso, evitando el empleo de esfuerzos de corte altos mediante extrusores monohusillo o doble husillo en el proceso de fundición y mezclado del material Lo anterior, da origen a la presente invención, la cual se muestra como una solución a los problemas técnicos y ambientales descritos ampliamente en el arte previo.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

La presente invención, se refiere a un proceso continuo de mezclado/extrusión en fundido para la preparación de nanocompuestos con una concentración de hasta un 60% en peso de nanopartículas en matrices de polímeros, utilizando ondas ultrasónicas de frecuencia y amplitud variable, que permite la dispersión homogénea de las nanopartículas. El proceso puede comprender una etapa de premezclado entre por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero o una mezcla

de éstos y por lo menos un tipo de nanopartícula, mediante la aplicación de esfuerzos de corte en estado fundido, para lograr una dispersión distributiva de los aglomerados de nanopartículas en la matriz polimérica. La premezcla obtenida es sometida a una etapa de mezclado/extrusión en fundido asistido con ondas ultrasónicas de frecuencia y amplitud variable, empleando barridos continuos ó discretos, para lograr una dispersión homogénea de las nanopartículas en la matriz polimérica. Las ondas de ultrasonido son originadas por un generador de ondas de frecuencia que pueden aplicarse en más de una zona durante el proceso de mezclado/extrusión siempre y cuando sean aplicadas en al menos sobre una zona de despresurización del material fundido.

En la presente invención, los polímeros utilizados, pueden ser resinas vírgenes y/o recicladas obtenidas por cualquier método de síntesis y son seleccionados del grupo que comprenden polímeros termoplásticos, en la que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero termoplástico es seleccionado para preparar el compuesto polímero/nanopartículas. Ejemplos de estos polímeros incluyen pero no se limitan a polímeros de alto consumo, polímeros de ingeniería, elastómeros, o una mezcla de dos o más de ellos.

Para la presente invención los polímeros y/o copolímeros de alto consumo se refieren a resinas poliméricas con un bajo costo adquisitivo y gran volumen de producción y comprende, sin que esto limite la invención, a poliolefinas, poliaromáticos, poli(cloruros de vinilo) ó una mezcla de dos o más de estos. Ejemplo de estos son polietilenos, polipropilenos, poli(cloruro de vinilo), poliestireno, entre otros.

En la presente invención el grupo de las poliolefinas incluyen pero no se limitan a polietileno, polipropileno, poliisopreno entre otros. Del grupo de polietileno y polipropileno incluyen pero no se limitan a polietileno de baja densidad (PEBD), polietileno de alta densidad (PEAD), polietileno lineal de baja densidad (PELBD), polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM), polipropileno isotáctico (i-PP), polipropileno sindiotáctico (s-PP), polipropileno atáctico (a-PP), copolímero de

etileno-propileno, copolímero alfa-olefina, etileno acetato de vinilo (EVA) o una mezcla de dos o más de estos.

Una modalidad preferida de la presente invención, consiste en la utilización de i-PP, s-PP, a-PP y mezclas de copolímero alfa-olefina y PELBD. Y preferentemente más la utilización de i-PP.

En la presente invención los polímeros de ingeniería se refieren a resinas poliméricas que poseen mejores propiedades mecánicas y térmicas que los polímeros de alto consumo, además de ser polímeros de bajo costo adquisitivo. Ejemplos de estos polímeros se encuentran pero no limitan a poliésteres poliacrílicos, policarbonatos, poliamidas, dentro de los cuales se encuentran el poli(etilen tereftalato), policarbonato, poli(metil metacrilato), Nylon, Nylon 6, Nylon 6,6, Nylon 11, Nylon 6,10, Nylon 6,12, entre otros. Una modalidad preferida de esta invención es la utilización de Nylon 6.

El término elastómeros es referido a polímeros con una gran capacidad para deformarse elásticamente por la acción de esfuerzos muy pequeños. Ejemplos de estos se encuentran pero no limitan a poliisoprenobutadieno, estireno-butadieno-estireno, copolímeros de etileno vinil acetato (EVA), entre otros.

En la presente invención, las nanopartículas se seleccionan del grupo que comprende nanoparticulas orgánicas y/o inorgánicas e incluyen pero no se limitan a nanopartículas cerámicas, metálicas, de carbono, entre otras. Ejemplos de estas nanopartículas incluyen pero no limitan a nanotubos de carbono, nanofibras de carbono, nanoarcillas, nanoparticulas de metales de transición, nanopartículas de óxidos, así como nanopartículas bimetálicas, nanopartículas de multicapas metálicas, nanopartículas funcionalizadas, nanopartículas contenidas en matrices minerales, zeolitas conteniendo nanopartículas, sílica conteniendo nanopartículas, entre otras, y mezclas de los mismos.

En la presente invención el término nanotubos de carbono se refiere a un nanotubo compuesto substancialmente de, o esencialmente de carbono. Estos pueden ser nanotubos de carbono de pared sencilla (NCPS), los cuales están compuestos de una pared sencilla de átomos de carbono; y nanotubos de carbono

de pared múltiple (NCPM), los cuales están compuestos de múltiples tubos concéntricos de átomos de carbono.

Las nanopartículas utilizadas en la presente invención son preferentemente NCPS, NCPM, nanofibras de carbono (CNFs), grafeno o la mezcla de dos o mas de estas y nanoarcillas de silicatos, filosilicatos, aluminosilicatos de las cuales incluyen montmorillonite, kaolinita, kanemita, hectorita, y nanopartículas de plata, oro, cobre, zinc, titanio, nanopartículas multi-metálicas y sus compuestos o mezclas de dos o más de estas.

Una modalidad preferida de la presente invención es la utilización de NCPM y nanopartículas de plata.

Las nanopartículas utilizadas en esta invención pueden ser preparadas por diversos métodos no excluyentes conocidos en el arte previo, incluyendo cualquier otro método que sea capaz de sintetizar u obtener nanopartículas ya sea como producto primario, secundario o desecho, aun si estas son utilizadas con o sin ningún tratamiento previo al premezclado tales como pero no limitan a funcionalización química, por plasma, ruptura de enlaces, entre otras.

En la presente invención, la concentración de nanopartículas utilizadas para la preparación del nanocompuesto, es en un porcentaje de entre 0.01% a 60% del peso total de la mezcla de polímero/nanopartícula, preferentemente en un porcentaje de entre 1% a 40% del peso total de la mezcla de polímero/nanopartícula, y aún mas preferentemente un porcentaje de entre 1% a 20% del peso total de la mezcla de polímero/nanopartícula.

En la presente invención, la aplicación de esfuerzos de corte en estado fundido, dentro la etapa de premezclado, se puede llevar a cabo con un mezclador interno, extrusor monohusillo, extrusor doble husillo, extrusor sin husillos u otro proceso capaz de lograr una dispersión distributiva de los aglomerados en la matriz polimérica. La temperatura de premezclado puede tomar lugar a temperaturas entre aproximadamente 25 °C y 400 °C, siendo preferentemente una temperatura entre aproximadamente 100 °C y 250 °C, siendo aun más preferentemente a una temperatura entre aproximadamente 100 °C y 190 °C.

La etapa de mezclado/extrusión en fundido de la presente invención, se lleva a cabo en un mezclador/extrusor asistido por ondas ultrasónicas de frecuencia y amplitud variable empleando barridos continuos ó discretos ó en cualquier otro equipo que permita llevar a cabo el proceso de mezclado/extrusión en fundido, asistido con ondas ultrasónicas de frecuencia y amplitud variable; proceso que permita romper aglomerados y dispersar homogéneamente las nanopartículas en la matriz polimérica, empleando barridos continuos ó discretos.

En relación al proceso de mezclado/extrusión asistida por ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable utilizado en la presente invención, la temperatura de procesamiento puede tomar lugar a temperaturas entre aproximadamente 25 °C y 400 °C, siendo preferentemente una temperatura entre aproximadamente 100 °C y 250 °C, siendo aun mas preferentemente a una temperatura entre aproximadamente 100 °C y 190 °C para los polímeros utilizados en esta invención.

Para la presente invención se entenderá como ultrasonido y/o ondas de ultrasonido a ondas de energía acústica de alta intensidad. Barrido discreto de frecuencia: es referido a las condiciones de operación en las que se utiliza una determinada frecuencia de operación durante un intervalo de tiempo considerable, antes de pasar a la siguiente frecuencia de operación, la cual es dictada por una rampa menor, mayor o igual a 0.01KHz y Barrido continuo de frecuencia: es referido a las condiciones de operación en las que se utiliza una determinada frecuencia de operación durante un intervalo de tiempo corto, antes de pasar a la siguiente frecuencia de operación, la cual es dictada por una rampa menor, mayor o igual a 0.01KHz.

La frecuencia de las ondas de ultrasonido aplicada en la presente invención, preferentemente puede tomar valores entre 15 kHz a 50 kHz, con velocidades de barrido continuo entre 2.5 kHz/s y 10 kHz/s, y entre $1.7x10^{-3}$ kHz/s y $5x10^{-2}$ kHz/s para barrido discreto; mas preferentemente, la frecuencia de las ondas de ultrasonido aplicada puede tomar valores entre 30 kHz y 50 kHz.

En relación a las ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable utilizadas en la presente invención, estas son aplicadas en el proceso de mezclado/extrusión

una vez que el material fundido atraviesa una zona presurizada, es decir en el instante en el que el material fundido experimenta una despresurización en una zona de despresurizado.

Como una segunda variante preferida al proceso por mezclado/extrusión asistido por ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable descrito en esta invención, las ondas de ultrasonido, originadas por un generador de ondas de frecuencias, pueden aplicarse en más de una zona durante el proceso de mezclado/extrusión, siempre y cuando sean aplicadas sobre la zona de despresurización del material fundido.

EJEMPLOS

El método de obtención de los nanocompuestos, serán mas claramente ilustrados por medio de los ejemplos que a continuación se describen, los cuales se presentan con propósitos meramente ilustrativos, por lo que no limitan la presente invención.

Ejemplo 1. Polímeros de alto consumo/Nanopartículas de carbono: Nanocompuestos de i-PP/NCPM

Caso 1. Barrido de frecuencia discreto.

1.1 Materiales y procedimiento experimental

La preparación de nanocompuestos de i-PP/NCPM se llevaron a cabo mediante el proceso descrito en esta invención, el cual consta de un proceso de premezclado de los componentes y la posterior dispersión homogénea de las nanopartículas en la matriz polimérica utilizando el proceso de mezclado/extrusión asistido por ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable.

En la etapa de premezclado del proceso, se utilizó i-PP con un peso molecular promedio de 220,000 g/mol e índice de fluidez de 35 g/10min. Así como NCPM con un diámetro promedio de entre 50-80 nm y con una distribución de longitud de tamaño desde 1 μm a 50 μm. El porcentaje en peso de los NCPM fue de 31%, 35%, 40% y 60% en peso. Se prepararon 100 g. de muestra y se introdujeron a un

mezclador interno Plastic Corder modelo PL-2000 marca Brabender®, donde se realizó el premezclado utilizando una temperatura de operación de 180 °C – 190 °C, 180 °C – 190 °C, 180 °C, 180 °C respectivamente. El material premezclado fue enfriado hasta temperatura ambiente y posteriormente molido hasta obtener tamaños de partícula menores a 2 mm. Posteriormente, el material premezclado fue introducido a un mezclador/extrusor marca Dynisco, modelo LME-120 operado a una temperatura de entre 190 °C y 200 °C, a excepción de la concentración de 60% en peso, la cual fue efectuada en un mezclador/extrusor LMM-120 Dynisco. El material fundido fue sometido a ondas de ultrasonido con un intervalo de frecuencia y amplitud variable de 30-40 kHz. La velocidad de barrido discreto de las ondas de frecuencia fue de 1.7 x 10^{-3} kHz/s con intervalos de 100Hz. El nanocompuesto ultrasonificado que salió del mezclador/extrusor, fue enfriado y posteriormente peletizado.

1.2 Resistividad eléctrica volumétrica

Los valores de resistividad eléctrica volumétrica (ρ) de los nanocompuestos procesados, fueron obtenidos indirectamente mediante la implementación del método de la prueba de Kelvin ó método de las cuatro puntas, descritas ampliamente en la literatura, utilizando muestras del nanocompuesto con forma de pastillas, teniendo un diámetro de 8 mm. y un espesor de 1.5 mm. Para la preparación de dichas pastillas, el nanocompuesto obtenido fue fundido a una temperatura de 190 °C, calentando a una velocidad de 10°C/min, se mantuvó a esta temperatura por un tiempo de 3 min., y posteriormente fue enfriado hasta temperatura ambiente con una rampa de enfriamiento de 10 °C/min, utilizando un procesador de muestras Mettler Toledo FP90 Central Processor y un Mettler Toledo FP82HT Hot Stage para la preparación de las pastillas. La Tabla 1 muestra los datos del comportamiento de la conductividad eléctrica de los nanocompuestos obtenidos en función de la concentración de NCPM.

1.3 Propiedades físicas

Las mediciones para los nanocompuestos de la temperatura al inicio y en el pico de cristalización (T_0) y (T_c) respectivamente, fueron realizadas mediante un

análisis por calorímetria diferencial de barrido (DSC) utilizando un sistema de DSC marca TA instruments modelo DSC 2920 Modulated DSC. Estas mediciones fueron efectuadas a partir de las muestras en forma de discos preparadas anteriormente, mediante un proceso de calentamiento/enfriamiento/calentamiento desde una temperatura de 0 °C hasta 200 °C, con rampas de calentamiento y enfriamiento de 10 °C/min y en atmósfera de N_2. La Tabla 1 muestra las T_0 y T_c obtenidas.

La temperatura de degradación (T_d) de los nanocompuestos, fue determinada mediante un análisis termo-gravimétrico (ATG) utilizando un analizador gravimétrico marca TA instruments, modelo TGA Q500. Estas mediciones fueron efectuadas a partir de las muestras en forma de discos preparadas anteriormente, utilizando una rampa de calentamiento de 10 °C/min desde una temperatura de 25 °C hasta 600 °C en atmósfera de nitrógeno, y de 600 a 800°C se utilizó atmósfera de oxígeno con una rampa de calentamiento de 20°C/min. La Tabla 1 muestra las T_d obtenidas.

Caso 2. Barrido de frecuencia continuo.

Materiales y procedimiento experimental

Para la preparación de este nanocompuesto se siguió el mismo procedimiento descrito en el ejemplo 1. Se prepararon nanocompuestos utilizando i-PP con un índice de fluidez de 35 g/10 min (i-PP35), 55 g/10 min (i-PP55) y mezclas de estos (i-PP35/55), utilizando NCPM con diámetros de 15 - 45 nm, 20 – 30 nm, 30 – 50 nm y 50 – 80 nm. a un porcentaje en peso del 20%, empleando una velocidad de barrido continuo de frecuencia de 5 kHz/s, para los intervalos de frecuencia de 15 – 30 kHz (F1), 30 – 40 kHz (F2) y 40 – 50 kHz (F3) estudiados.

De manera adicional y con propósitos de comparación, se prepararon nanocompuestos de i-PP/NCPM (i-PP/NCPM-S) utilizando un proceso en solución descrito en la solicitud de patente mexicana NL/E/2005/000962, utilizando una frecuencia fija de 20 kHz y una velocidad de barrido de frecuencia de 0 kHz.

2.1 Resistividad eléctrica volumétrica

Para la medición de ρ de los nanocompuestos, se empleó el mismo procedimiento descrito en el ejemplo 1. La Tabla 2 muestra el valor de las resistividades obtenidas.

2.2 Propiedades físicas

Para la medición de la T_0 y T_c de los nanocompuestos, se empleó el mismo procedimiento descrito en el caso 1 del ejemplo 1. La Tabla 2 muestra los valores de la T_0 y T_c obtenidas.

De igual manera, la temperatura de degradación (T_d) fue determinada empleando el procedimiento descrito en el ejemplo 1. La Tabla 2 muestra las T_d obtenidas.

Ejemplo 2. Polímero de ingeniería/Nanopartícula de carbono. Nanocompuestos de Nylon 6/NCPM

3.1. Materiales y procedimiento experimental para barrido de frecuencia discreto

Para la preparación de este nanocompuesto, se siguió el mismo procedimiento descrito en el ejemplo 1, para el cual se utilizó Ultramid® Nylon 6 suministrado por BASF, con un peso molecular de 60,000 g/mol. Para la preparación de nanocompuestos, se utilizaron porcentajes en peso de NCPM del 0% y 10%. En la etapa de premezclado se utilizó una temperatura de operación de 250 °C, mientras que en la etapa de mezclado/extrusión se operó bajo una temperatura de 225 °C.

3.2. *Resistividad eléctrica volumétrica*

Para la medición de ρ de los nanocompuestos, se empleó el mismo procedimiento descrito en el ejemplo 1, con una variante en la temperatura de operación para la preparación del disco, la cual fue de 250 °C. La Tabla 1 muestra el valor de las resistividades obtenidas.

3.3. Propiedades físicas

Para la medición de la T_0 y T_c de los nanocompuestos, se empleó el mismo procedimiento descrito en el caso 1 del ejemplo 1. Con una variante en la temperatura de calentamiento, la cual fue de 260 °C. La Tabla 1 muestra los valores de la T_0 y T_c obtenidas.

De igual manera, la temperatura de degradación (T_d) fue determinada empleando el procedimiento descrito en el ejemplo 1. La Tabla 1 muestra las T_d obtenidas.

Ejemplo 3. Elastómero/Nanopartícula cerámica.

Nanocompuestos de EVA/nanoarcillas

4.1 Materiales y procedimiento experimental para barrido de frecuencia discreto

Para la preparación de estos nanocompuestos, se siguió el mismo procedimiento planteado en el ejemplo 1. Para esto, se utilizó una resina comercial de EVA, ELVAX 250®. Se prepararon nanocompuestos con un porcentaje en peso de nanoarcillas Cloisite® 6A (EVA/ Cloisite® 6A) de 0% y 5%, al igual que un nanocompuesto con un porcentaje en peso de nanoarcillas Cloisite® 20A de 0% y 5% (EVA/Cloisite® 20A). En la etapa de premezclado se utilizó una temperatura de operación de 90 °C y mientras que en la etapa de mezclado/extrusión se operó bajo una temperatura de 100 °C.

4.2. Propiedades físicas

Para la medición de la T_0 y T_c de los nanocompuestos, se empleó el mismo procedimiento descrito en el caso 1 del ejemplo 1. Con una variante en la temperatura de operación para la preparación del disco, la cual fue de 90 °C y una variante en la temperatura de calentamiento, la cual fue de 140 °C. La Tabla 1 muestra los valores de la T_0 y T_c obtenidas.

De igual manera, la temperatura de degradación (T_d) fue determinada empleando el procedimiento descrito en el ejemplo 1. La Tabla 1 muestra las T_d obtenidas.

4.3 Propiedades mecánicas

Las mediciones del módulo de almacenamiento (E´), fueron determinadas mediante un análisis mecánico-dinámico utilizando un DMA Q800 de TA Instruments. Para esto, se prepararon probetas de los nanocompuestos obtenidos, con dimensiones de 1.52 mm. x 3.81 mm. x 1.27 mm. Dichas probetas fueron inyectadas a una temperatura de 90 °C – 95 °C con una temperatura del molde de 80 °C. Las muestras fueron sometidas a deformación desde una temperatura de -

30 °C hasta 80 °C, utilizando una rampa de calentamiento de 2 °C/min. La Tabla 1 muestra los resultados de E´ para los nanocompuestos obtenidos.

4.4 Morfología

La determinación del grado de exfoliación de las nanoarcillas en la matriz polimérica, fueron determinados utilizando análisis por rayos-X. Para esto, se prepararon probetas de los nanocompuestos obtenidos, utilizando el mismo procedimiento descrito en la sección anterior. La Figura 2 muestra el difractograma de rayos-X para los nanocompuestos desarrollados.

Ejemplo 4. Mezcla de polímeros/Nanopartículas metálicas. Nanocompuestos de Copolímeros de PELBL-alfa olefina/nanopartículas de plata (PELBD-αolefina/Ag).

5.1 Materiales y procedimiento experimental para barrido de frecuencia discreto

Para la preparación de estos nanocompuestos, se siguió el mismo procedimiento planteado en el caso 1 del ejemplo 1. Se prepararon nanocompuestos con un porcentaje en peso de nanopartículas de plata de 0% y 1%. Tanto en la etapa de premezclado como en la de mezclado/extrusión, se operó bajo una temperatura de 160 °C.

5.2. *Resistividad eléctrica volumétrica*

Para la medición de ρ de los nanocompuestos, se empleó el mismo procedimiento descrito en el caso 1 del ejemplo 1, con una variante en la temperatura de operación para la preparación del disco, la cual fue de 160 °C. La Tabla 1 muestra el valor de las resistividades obtenidas.

5.3. Propiedades físicas

Para la medición de la temperatura de fusión (T_f) y temperatura de cristalización (T_c) de los nanocompuestos, se empleó el mismo procedimiento descrito en el caso 1 del ejemplo 1. Con una variante en la temperatura de calentamiento, la cual fue de 160 °C. La Tabla 1 muestra los valores de la T_f y T_c obtenidas.

De igual manera, la temperatura de degradación (T_d) fue determinada empleando el procedimiento descrito en el caso 1 del ejemplo 1. La Tabla 1 muestra las T_d obtenidas.

5.4. Propiedades mecánicas

Las mediciones del módulo de almacenamiento (E´) fueron determinadas siguiendo el procedimiento descrito en el ejemplo 3. En este caso, las probetas fueron inyectadas a una temperatura de 160 °C con una temperatura del molde de 130 °C y 150 °C respectivamente. Las muestras fueron sometidas a deformación desde una temperatura de 30 °C hasta 110 °C, utilizando una rampa de calentamiento de 2 °C/min. La Tabla 1 muestra los resultados de E´ para los nanocompuestos obtenidos.

5.5 Morfología

La determinación del grado de dispersión de las nanopartículas de plata en la matriz polimérica, fueron determinados mediante microscopia electrónica de barrida (MEB) utilizando un microscopio electrónico de barrido TOP GUN CM510. Para esto, se tomó un filamento del nanocompuesto ultrasonificado, que sale directamente del equipo mezclador/extrusor, al cual se le practicó una fractura en ambiente criogénico. La cara del filamento que sufrió la fractura, fue la utilizada para ser observada por MEB a magnificaciones de 25,000X y 50,000X. La Figura 2 muestra una imagen de MEB para el nanocompuesto obtenido.

Los aspectos novedosos que se consideran propios de la presente invención, son descritos con particularidad en las reivindicaciones anexas. Sin embargo, la invención misma, en conjunto con otros objetos y ventajas significativas, se comprenderá mejor en la siguiente descripción detallada, cuando se lea en relación con las tablas y figuras que se acompaña:

Tabla 1

Nanocompuesto	% en peso de	Parámetros de caracterización

	Nanopartículas	ρ (Ω-cm)	T_c (°C)	T_0 (°C)	T_d (°C)	E´(Mpa)
i-PP/NCPM	31	13.4×10^0	118.4	121.6	459.2	---
	35	5.6×10^0	118.7	122.3	458.6	---
	40	2.5×10^0	118.7	122.4	454.4	---
	60	1.4×10^{-1}	117.9	122.6	452.3	---
Nylon/NCPM	0	3.60×10^7	172.8	181.0	445.6	2354
	10	3.50×10^7	200.8	214.7	454.0	2468
EVA/Cloisite®6[a]	0	---	49.4	53.9	335.6	2083
	5	---	51.1	55.7	458.2	2488
EVA/Cloisite®20[a]	5	---	51.8	56.2	456.1	2127
PELBD-αolefina/Ag	0	3.50×10^7	75.7	79.0	461.3	---
	1	3.50×10^7	76.2	79.6	461.3	---

Tabla 2

Nanocompuesto	% en peso de NCPM	Diámetro de NCPM (nm)	Parámetros de caracterización			
			T_c (°C)	T_0 (°C)	ρ (Ω-cm)	T_d (°C)
i-PP35	0		110.0	113.9	-	447.00
i-PPi55	0		126.7	130.3	-	442.70
i-PP (12Kg-mol)/NCPM	20	15 – 45	137.3	140.0	8.8×10^{-1}	434.10
i-PP (190Kg-mol)/NCPM			136.8	140.4	1.2×10^0	449.80
i-PP (340Kg-mol)/NCPM			136.1	140.4	1.5×10^0	451.80
i-PP35/NCPM-F1		20 – 30	117.3	120.4	3.8×10^1	455.0
i-PP35/NCPM-F2			117.7	120.6	3.8×10^1	457.1
i-PP35/NCPM-F3			117.3	120.6	2.9×10^1	454.5
i-PP55/NCPM-F1			133.9	136.8	1.6×10^1	451.9
i-PP55/NCPM-F2			130.7	135.1	3.6×10^1	455.0

Nanocompuesto	% en peso de NCPM	Diámetro de NCPM (nm)	Parámetros de caracterización			
			T_c (ºC)	T_0 (ºC)	ρ (Ω-cm)	T_d (ºC)
i-PP55/NCPM-F3			133.2	136.5	2.22×10^{1}	450.8
i-PP35/55/NCPM-F1			133.1	136.5	1.8×10^{1}	450.8
i-PP35/55/NCPM-F2			130.1	134.3	1.7×10^{1}	454.0
i-PP35/55/NCPM-F3			129.6	133.5	3.0×10^{0}	452.9
i-PP35/NCPM-F1			122.1	128.3	2.5×10^{1}	451.9
i-PP35/NCPM-F2			118.8	129.8	5.5×10^{1}	455.0
i-PP35/NCPM-F3			117.2	120.8	1.8×10^{1}	452.4
i-PP55/NCPM-F1			131.0	135.9	2.6×10^{1}	449.8
i-PP55/NCPM-F2		30 – 50	134.6	138.2	1.2×10^{1}	456.1
i-PP55/NCPM-F3			134.2	137.4	8.9×10^{-1}	450.8
i-PP35/55/NCPM-F1			131.5	136.3	1.7×10^{1}	449.8
i-PP35/55/NCPM-F2			130.0	133.7	1.5×10^{1}	451.9
i-PP35/55/NCPM-F3			130.8	134.5	1.80×10^{0}	447.7
i-PP35/NCPM-F1			117.7	122.6	1.5×10^{1}	451.8
i-PP35/NCPM-F2			118.4	122.0	1.5×10^{1}	457.1
i-PP35/NCPM-F3			117.8	121.4	1.5×10^{0}	451.9
i-PP55/NCPM-F1			134.1	137.9	2.5×10^{1}	451.8
i-PP55/NCPM-F2		50 – 80	134.8	138.2	9.6×10^{0}	454.0
i-PP55/NCPM-F3			134.9	138.1	7.6×10^{-1}	449.2
i-PP35/55/NCPM-F1			135.5	136.8	8.8×10^{1}	457.1
i-PP35/55/NCPM-F2			129.9	134.4	6.1×10^{0}	458.2
i-PP35/55/NCPM-F3			130.7	134.6	8.1×10^{-1}	463.4

La Tabla 1 muestra los valores de los parámetros de caracterización más importantes que describen a los nanocompuestos obtenidos empleando un barrido

de frecuencia discreto. Por citar un ejemplo, puede observarse como la resistividad de los nanocompuestos de i-PP/NCPM presentan un decremento a medida que se aumenta el contenido de NCPM, llegando a obtener nanocompuestos altamente conductores con una concentración de hasta el 60% en peso. Esto último, representa una ventaja técnica y económica muy significativa con respecto a los procesos existentes y descritos en el arte previo.

La Tabla 2 muestra los valores de los parámetros de caracterización mas importantes que describen a los nanocompuestos de i-PP/NCPM obtenidos empleando un barrido de frecuencia continuo. Por citar un ejemplo, se puede observar un decremento en los valores de las resistividades eléctricas, a medida que se incrementa el intervalo de frecuencia de las ondas de ultrasonido, como producto del alto grado de dispersión de los NCPM en la matriz de i-PP. Estos valores coinciden en orden de magnitud con los obtenidos para los nanocompuestos preparados en solución, tal y como se describe en la solicitud de patente mexicana NL/E/2005/000962, dando fe del alto grado de dispersión de los NCPM obtenido con el proceso descrito en esta invención.

Los ejemplos de la presente invención se llevaron a cabo en un equipo de mezclado/extrusión que posee una zona de presurizado del material premezclado y justo al final de la zona de presurizado se encuentra una zona de despresurización, en la que material premezclado ya fundido entra en contacto con las ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable, provistas por un generador de ondas, dispersando homogéneamente las nanopartículas en la matriz polimérica. Una vez ultrasonificado el material fundido, es posteriormente enfriado y peletizado.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La Figura 1 muestra un difractograma de rayos-X para el nanocompuestos de EVA/Cloisite® 6A y EVA/Cloisite® 20A. Por citar un ejemplo, los picos correspondientes a un ángulo de 3 y 4.5 dan fe del alto grado de exfoliación alcanzado por las nanoarcillas de Cloisite®20A en la matriz de EVA, utilizando el proceso descrito en esta invención.

La Figura 2 muestra una imagen de MEB para el nanocompuesto PELBD-αolefina/Ag, en la que se aprecia de igual manera, un alto grado de dispersión de las nanopartículas de plata sobre la matriz del copolímero. La utilización de ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable, garantiza la dispersión homogénea de nanopartículas que presentan una amplia distribución de tamaño

REIVINDICACIONES

Habiendo descrito e ilustrado aspectos específicos de la presente invención, es de considerar que es posible llegar a realizar un número posible de modificaciones al proceso, por lo tanto, la presente invención no deberá considerarse como restringida, excepto por lo contenido en las siguientes cláusulas:

1. Proceso continuo de mezclado/extrusión en fundido para la preparación de nanocompuestos, con una concentración de hasta un 60% de nanopartículas en matrices de polímeros, caracterizado porque comprende una etapa de premezclado entre el polímeros y/o copolímero o mezcla de estos y al menos una nanopartícula, mediante la aplicación de esfuerzos de corte en estado fundido, y en donde la premezcla obtenida es sometida a una etapa de mezclado/extrusión en fundido asistido con ondas ultrasónicas de frecuencia y amplitud variable empleando barridos continuos y discretos, en donde las ondas de ultrasonido son originadas por un generador de ondas de frecuencia que pueden aplicarse en más de una zona durante el proceso de mezclado/extrusión siempre y cuando sean aplicadas en al menos sobre una zona de despresurización del material fundido.
2. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, en donde el polímero y/o copolímero es seleccionado del grupo que comprenden los polímeros de alto consumo, polímeros de ingeniería, elastómeros ó una mezcla de dos o mas de estos.
3. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 2, caracterizada además por que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero de alto consumo es seleccionado del grupo que comprenden poliolefinas, poliaromáticos, poli(cloruros de vinilos) ó una mezcla de dos o más de estos.
4. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 3, caracterizada además por que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero de alto consumo es seleccionado del grupo que comprenden las poliolefinas.

5. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 4, caracterizada además por que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero de poliolefina es seleccionado del grupo que comprenden polietilenos y polipropilenos.
6. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 5, caracterizada además por que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero de polietileno es seleccionado del grupo que comprende PEBD, PEAD, PELBD, PEUAPM, EVA ó una mezcla de dos ó mas de estos.
7. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 6, caracterizada además por que los polímeros seleccionados es el PELBD.
8. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 5, caracterizada además por que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero de polipropileno es seleccionado del grupo que comprende i-PP, s-PP, a-PP o una mezcla de dos o mas de estos.
9. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 8, caracterizada además por que el polímero seleccionado es el i-PP.
10. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 2, caracterizada además por que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero de ingeniería es seleccionado del grupo que comprenden los poliésteres poliacrílicos, policarbonatos, poliamidas.
11. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 10, caracterizada además por que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero de poliamida es seleccionado del grupo que comprende Nylon 6, Nylon 6,6; Nylon 11, Nylon 6,10; Nylon 6,12 ó una mezcla de uno ó mas de estos.

12. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 11, caracterizada además por que el polímero seleccionado es el Nylon 6.
13. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 2, caracterizada además por que por lo menos un tipo de polímero y/o copolímero elastomero es seleccionado del grupo que comprenden al poliisoprenobutadieno, estireno-butadieno-estireno, copolímeros de etileno vinil acetato (EVA), entre otros.
14. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 13, caracterizada además por que el polímero seleccionado es el copolímero de etileno vinil acetato (EVA).
15. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque las nanopartículas seleccionadas son del grupo que comprenden nanopartículas metálicas, cerámicas y de carbono.
16. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 15, caracterizada además porque las nanopartículas de carbono son seleccionadas del grupo que comprende NCPS, NCPM, nanofibras de carbono (CNFs), grafeno, ó de mezcla de dos o mas de estas.
17. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 16, caracterizada además porque las nanopartículas seleccionadas son NCPM.
18. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 15, caracterizada además porque las nanopartículas cerámicas son seleccionadas del grupo que comprende nanoarcillas de silicatos, filosilicatos, aluminosilicatos ó mezclas de dos o mas de estas.
19. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 18, caracterizada además porque las nanoarcillas de aluminosilicatos son seleccionadas del grupo que comprende montmorillonitas, hectorita ó mezclas de dos o mas de estas.

20. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 19, caracterizada además porque las nanoarcillas son seleccionadas del grupo que comprende las montmorillonitas.

21. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 15, caracterizada además porque las nanopartículas metálicas son seleccionadas del grupo que comprende nanopartículas de plata, oro, cobre, zinc, titanio, nanopartículas multi-metálicas y sus compuestos o mezclas de dos o más de estas.

22. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 21, caracterizada además porque las nanopartículas metálicas seleccionadas son nanopartículas de plata.

23. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque la concentración de nanopartículas en la mezcla polímero/nanopartículas se encuentra en el intervalo entre 0.01% al 60% del peso total de la mezcla.

24. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 23, caracterizada además porque la concentración de nanopartículas en la mezcla polímero/nanopartículas se encuentra en el intervalo de 1% al 20% del peso total de la mezcla.

25. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque la temperatura de operación en el proceso de mezclado/extrusión se encuentra en el intervalo de 25 °C a 400 °C.

26. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 25, caracterizada además porque la temperatura de operación en el proceso de mezclado/extrusión se encuentra en el intervalo de 100 °C a 190 °C.

27. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque las ondas de ultrasonido

utilizadas en el proceso de mezclado/extrusión se encuentran en el intervalo de 15 kHz a 50 kHz.

28. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque las ondas de ultrasonido utilizadas en el proceso de mezclado/extrusión se encuentran en el intervalo de 30 kHz a 50 kHz.

29. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque las ondas de ultrasonido son aplicadas en el proceso de mezclado/extrusión con una velocidad de barrido continua de 2.5 kHz/s a 10 kHz/s.

30. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque las ondas de ultrasonido son aplicadas en el proceso de mezclado/extrusión con una velocidad de barrido discreto de 1.7×10^{-3} kHz/s a 5×10^{-2} kHz/s.

31. Un proceso continuo para la preparación de nanocompuestos, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizada además porque la ondas de ultrasonido son aplicadas en una zona de despresurizado, en el proceso de mezclado/extrusión.

RESUMEN

Se describe un proceso continuo de mezclado/extrusión asistido por ondas de ultrasonido de frecuencia y amplitud variable, para la preparación de nanocompuestos a base de polímeros preferentemente termoplásticos y nanopartículas, a una concentración de hasta un 60% en peso del total de la mezcla polímero/nanopartícula. En dicho proceso, la mezcla polímero/nanopartícula en estado fundido, es sometido a un barrido de frecuencia y amplitud variable de modo discreto y continuo, de entre 15 kHz y 50 kHz.

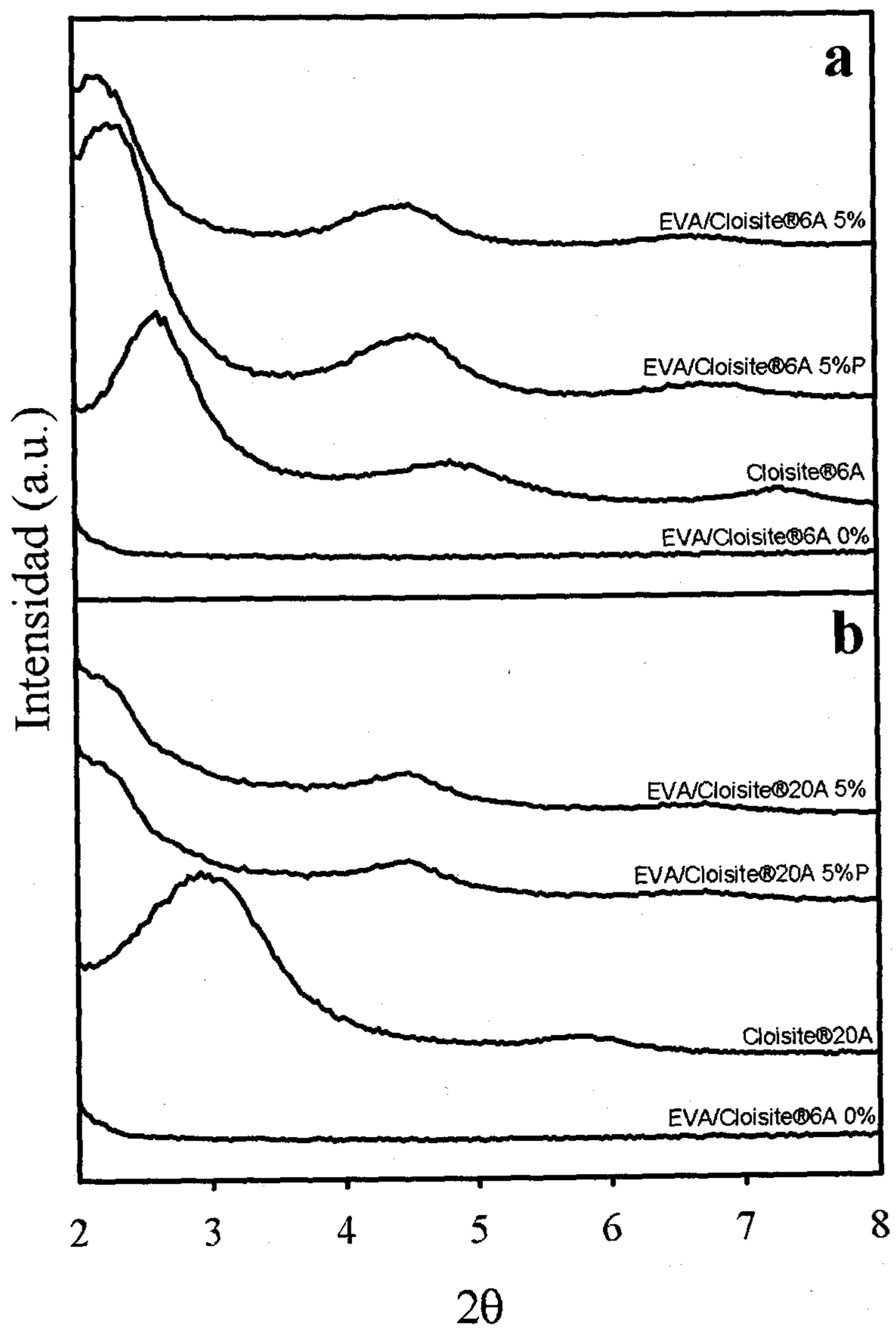
a
EVA/Cloisite®6A 5%
EVA/Cloisite®6A 5%P
Cloisite®6A
EVA/Cloisite®6A 0%
b
EVA/Cloisite®20A 5%
EVA/Cloisite®20A 5%P
Cloisite®20A
EVA/Cloisite®6A 0%
Intensidad (a.u.)
2
3
4
5
6
7
8
2θ

Figura 1

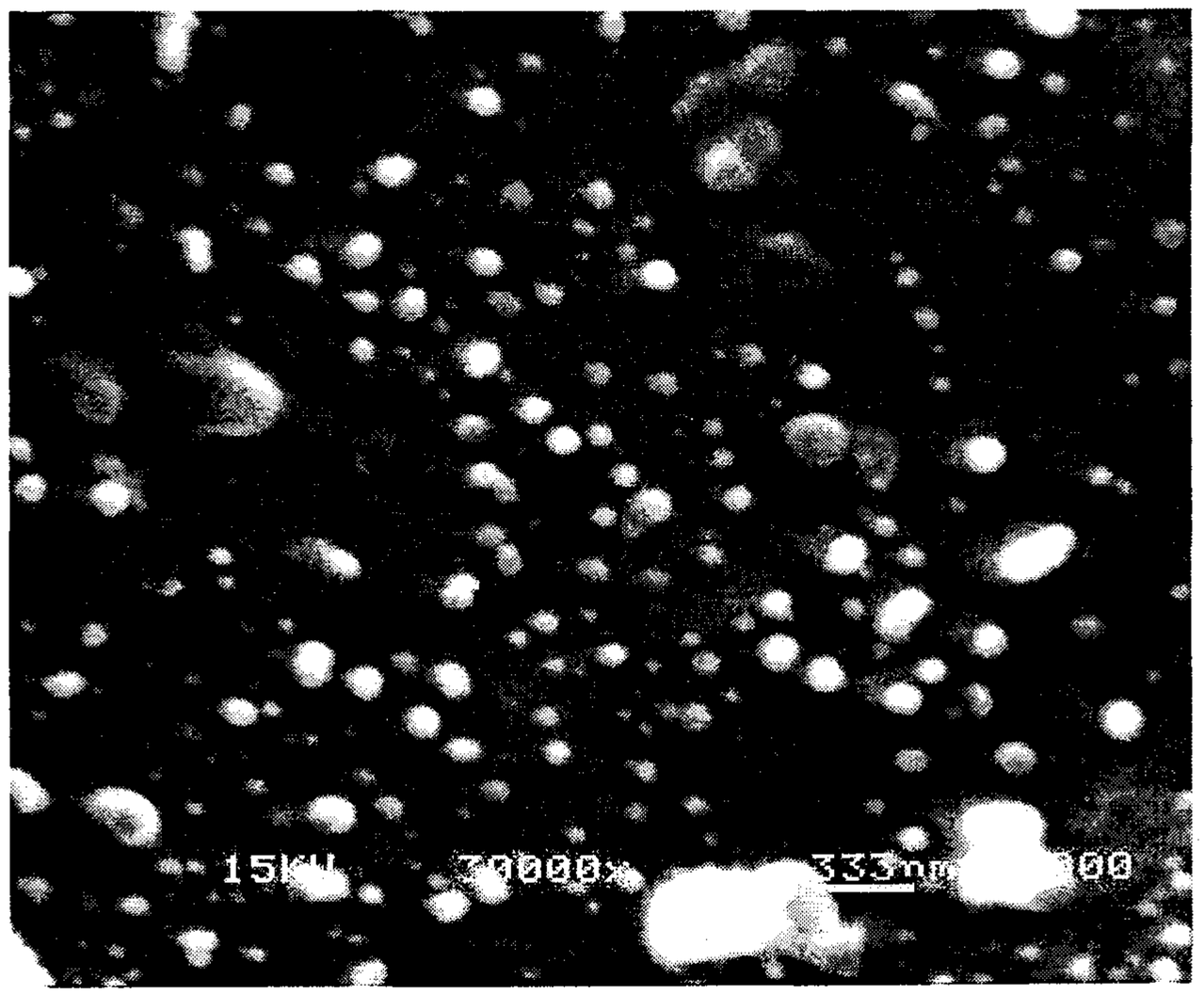

Figura 2