



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 364 211**

② Número de solicitud: 201030215

⑤ Int. Cl.:
C01B 33/38 (2006.01)
C08K 3/34 (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

② Fecha de presentación: **16.02.2010**

④ Fecha de publicación de la solicitud: **29.08.2011**

④ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:
29.08.2011

⑦ Solicitante/s:
NANOBIOMATTERS INDUSTRIES, S.L.
c/ Louis Pasteur, 11 - Nave 6
46980 Paterna, Valencia, ES

⑦ Inventor/es: **Lagarón Cabello, José María y
Lagarón Cabello, Enrique**

⑦ Agente: **Pons Ariño, Ángel**

⑤ Título: **Procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos laminares con tamaño controlado y productos obtenidos por dicho proceso.**

⑤ Resumen:

Procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos laminares con tamaño controlado y productos obtenidos por dichos proceso.

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos laminares (p. ej. tipo caolinita, montmorillonita, pirofillita, bentonita, esmectita, hectorita, sepiolita, saponita, laponita, halloisita, vermiculita, mica, clorita, illita y mezclas) con o sin modificación superficial cuyo tamaño mayor (en el denominado D100) en la mayor de sus dimensiones está comprendido entre 0,05 y 15 micras, así como a las partículas de filosilicatos obtenibles por este proceso y a su uso como aditivos en matrices plásticas o cerámicas para obtener materiales con aplicaciones multisectoriales.

ES 2 364 211 A1

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos laminares con tamaño controlado y productos obtenidos por dicho proceso.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos laminares (p. ej. tipo caolinita, montmorillonita, pirofilita, bentonita, esmectita, hectorita, sepiolita, saponita, laponita, halloisita, vermiculita, mica, clorita, illita y mezclas) con o sin modificación superficial cuyo tamaño mayor (en el denominado D100) en la mayor de sus dimensiones está comprendido entre 0,05 y 15 micras, así como a las partículas de filosilicatos
10 obtenibles por este proceso y a su uso como aditivos en matrices plásticas o cerámicas para obtener materiales con aplicaciones multisectoriales.

Estado de la técnica anterior

15 La utilización de las arcillas laminares está muy extendida en aplicaciones multisectoriales, estas se usan habitualmente en procesos industriales con tamaños de partícula por encima de las tres micras en el denominado D50 (el 50% del material tiene dimensiones por debajo de ese valor).

20 En el estado de la técnica se encuentran varios ejemplos de uso de filosilicatos tanto vía seca como vía húmeda. Así las solicitudes de patente CN101049940 y EP0000129 describen procedimientos para el enriquecimiento de los filosilicatos haciéndolos más puros y limpios.

25 Las solicitudes de patente GB Números 1318867, 1119305, 1252622 y US4118247 describen procedimientos de obtención de pasta de celulosa para fabricar papel mediante la adición de una suspensión acuosa de fibras de celulosa o amianto y filosilicatos.

La solicitud de patente ES2242532 describe un procedimiento para la obtención de nanopartículas de caolinita con un alto contenido en hierro incorporado en su estructura.

30 Las solicitudes de patente GB1214532 y RU2125022 describen procedimientos para aclaración de suspensiones por floculación utilizando filosilicatos obteniendo aguas potables o industriales.

35 La solicitud de patente HU63595 describe un procedimiento en el cual mediante la adición de filosilicatos se consigue un retraso en la sedimentación del abono.

Las solicitudes de patente GB722073 y CN1966553 describen procedimientos para la mejora de los cauchos naturales, sintéticos y otros elastómero mediante la adición de filosilicatos con tamaño de partícula entorno a las 25 mm.

40 La solicitud de patente CA1038295 describe un procedimiento en el cual se utiliza una suspensión de arcilla como antidispersante para polvo de aerosoles. Las solicitudes de patentes CA1305641, CA1307369 y US4836946, US4752409 describen procedimientos de obtención de gel-líquido utilizando arcillas como espesante.

45 También esta muy extendida la utilización de nanopartículas en el espesor de arcillas para procesos farmacéuticos como reflejan las solicitudes de patente CN101002796, ES2242532.

En el campo de los plásticos, una de las áreas que mayor interés está generando es el desarrollo de materiales compuestos, y más específicamente de nanocompuestos basados en el refuerzo de plásticos con nanoarcillas. Existen diferentes técnicas de preparación de nanocompuestos, tanto por el método de casting (Ogata N, Jimenez G, Kawai H, Ogiwara T; J Polym Sci Part B: Polym Phys 1997; 35:389-396), como por el método de mezclado en fundido (Sinha Ray S, Yamada K, Okamoto M, Ueda K. Nano Lett 2002; 2:1093-6, M.D. Sanchez-Garcia, E. Gimenez and J.M. Lagaron (J. App. Pol. Sci., DOI 10.1002/app),) y por el método de polimerización *in-situ* (Messersmith PB, Giannelis EP. Chem Mater 1993; 5:1064-6, Knani D, Gutman AL, Kohn DH. J Polym Sci. Part A: Polym Chem 1993; 31:1221-32). Además estos nuevos nanocompuestos y sus técnicas de procesado están descritas en las patentes US Números 5747560; 4618528; 4528235; 4874728; 6391449; 6486253; 6376591 y 6156835; WO 95/14733; WO 93/04117 y más específicamente en WO2007074184A1. En la solicitud última, se describe una nueva ruta de fabricación de nanocompuestos que pueden o no ser biodegradables, con propiedades antimicrobianas basadas en productos naturales y/o con capacidad de liberación controlada de otras sustancias activas o bioactivas. Estos nanocompuestos basados en filosilicatos y/o hidróxidos dobles laminares sintéticos están intercalados con diferentes modificantes orgánicos, y una vez incorporados a matrices termoplásticas y/o termoestables, son capaces de mejorarles las propiedades barrera a gases y a vapores. Los documentos antes citados son algunos ejemplos de patentes y literatura sobre nanocompuestos de polímeros-arcilla preparados a partir de arcillas modificadas. Estos documentos describen un material nanocompuesto como una placa exfoliada o intercalada, con estructura tactoide de dimensiones nanométricas pero solo en el espesor, que comprende arcilla intercalada dispersa en una matriz de polímero, tal como un oligómero, un polímero, o una
65 mezcla de los mismos.

Descripción de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos laminares (p. ej. caolinita, montmorillonita, pirofilita, bentonita, esmectita, hectorita, sepiolita, saponita, laponita, halloisita, vermiculita, mica, clorita, illita y mezclas) con o sin modificación superficial cuyo tamaño mayor (en el denominado D100) se puede controlar para que este por debajo de las 15 micras, a un producto obtenible por dicho proceso y al uso de este producto.

En un primer aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos que comprende al menos las siguientes etapas:

- a) Disminución del tamaño de partícula del filosilicato de partida hasta un tamaño de entre 5 y 100 micras en el D90 y
- b) Extracción controlada de las partículas con o sin modificación superficial previa para que tengan un tamaño en cualquiera de sus dimensiones de entre 0,05 a 15 micras en el D100.

Son filosilicatos laminares, tales como y sin sentido limitativo caolinita, montmorillonita, pirofilita, bentonita, esmectita, hectorita, sepiolita, saponita, laponita, halloisita, vermiculita, mica, clorita, illita y mezclas. Estos filosilicatos laminares pueden ser utilizados, en el procedimiento de la presente invención, con o sin modificación superficial. La modificación superficial cuando se aplica permite una mejor dispersión, compatibilizar mezclas de estas arcillas con matrices plásticas o añadir funcionalidades nuevas a estas (ej. resistencia al fuego, antimicrobianos, antioxidante, absorbedor de oxígeno).

D90 y D100 significan que el 90% o el 100% de las partículas en la distribución tienen un tamaño igual o menor a ese valor, respectivamente.

En una realización preferida, en la etapa (a) la disminución del tamaño de partícula del filosilicato de partida se realiza por vía seca. Preferiblemente, la disminución vía seca se realizara mediante el uso de técnicas de molienda hasta un tamaño de entre 5 y 30 micras en el D90.

En otra realización preferida, en el procedimiento descrito anteriormente la disminución en la etapa (a) se realizará por vía húmeda. Preferiblemente, la disminución por vía húmeda se realizará mediante desleidores.

En una realización preferida, en el procedimiento descrito anteriormente la extracción en la etapa (b) se realiza por vía seca. Preferiblemente, la extracción por vía seca se realiza mediante el uso de clasificadores dinámicos.

En otra realización preferida, en el procedimiento descrito anteriormente la extracción en la etapa (b) se realiza por vía húmeda. Preferiblemente, la extracción por vía húmeda se realiza mediante el uso de centrifugas.

Los procesos para la obtención de las nanopartículas comprenden las siguientes etapas:

1.1 Ruta vía seca: disminución del tamaño de las partículas mediante acción mecánica por ejemplo por medio de tecnologías de molienda hasta un tamaño de partícula típicamente inferior a 30 micras en el D90.

1.2 Ruta vía húmeda: disminución del tamaño de partículas mediante disolución por ejemplo y sin sentido limitativo por medio del empleo de desleidores. El funcionamiento de estos equipos esta destinado a la mezcla y diluido de la materia prima para la fabricación de barbotina. La preparación de la suspensión acuosa de la arcilla tendrá un contenido en sólidos de la suspensión entre el 0.1% y el 99.99% y más preferiblemente de entre 10% y el 70% en peso y, ocasionalmente, pueden emplearse desfloculantes de naturaleza orgánica y/o inorgánica configurados para reducir la viscosidad. El recipiente lleva típicamente varios rompeolas para impedir al conjunto a diluir, girar al unísono con la hélice de agitación. La carga se efectúa por la parte superior y la descarga por la inferior a través de una válvula de cierre. El agitador central, lleva en la parte superior, un cuerpo de acero soldado donde se alojan dos cojinetes de rodillos cónicos que dan al eje la rigidez para impedir vibraciones u otros movimientos que se pudieran originar por el choque de la hélice con el material.

2.1 Ruta vía seca: Proceso de separación de materiales finos y micronizados vía seca empleando el uso de clasificadores dinámicos. El funcionamiento de estos equipos consiste en hacer entrar el producto en el equipo arrastrado por una corriente de aire que lo mantiene en suspensión. La velocidad de giro de la jaula clasificadora determinara que tamaño máximo de partícula es capaz de dejar pasar. De modo que cuando la velocidad ascensional de la partícula sea superior a la velocidad de giro de la jaula, la partícula será capaz de atravesarla. Las partículas finas pasarán a otra nueva etapa de selección que es el ciclón. El ciclón está compuesto básicamente por un cilindro vertical con fondo cónico, dotado de una entrada tangencial normalmente rectangular. Además, destaca el hecho de que, al hacer uso de fuerzas centrífugas en vez de gravitatorias, la velocidad de sedimentación de las partículas se incrementa en gran medida haciéndose más efectiva la separación. La corriente de aire cargada con las partículas en suspensión se introduce tangencialmente en el recipiente cilíndrico, saliendo el aire con partículas muy finas en suspensión a través de una abertura central situada en la parte superior. Por tanto, se observa que el modelo de flujo seguido por el aire dentro

ES 2 364 211 A1

del ciclón es el de un doble vórtice. Primero el aire con partículas en suspensión procedentes del separador realiza una espiral en sentido descendente y por la zona exterior, para después ascender por la zona interior describiendo igualmente una hélice. Las partículas de polvo, debido a su inercia, tienden a moverse hacia la periferia del equipo alejándose de la entrada de aire y recogiéndose en un colector situado en la base cónica (rechazo). El aire cargado con las partículas más finas del orden de las 10 micras, que no han sido abatidas en el ciclón pasan al filtro de mangas. El filtro de mangas consta de una serie de bolsas con forma de mangas, normalmente de fibra sintética o natural colocadas en unos soportes para darles consistencia y soportadas por una chapa divisoria que delimita los dos plenums y todo ello encerrado en una carcasa hermética. El aire con las partículas en suspensión entra en un compartimiento denominado "plenum sucio" sufriendo una expansión inicial seguido de un cambio brusco en su dirección, lo cual hace que las partículas más gruesas caigan directamente a la tolva. El aire con el resto de partículas pasan a continuación a través de las mangas, que es donde se realiza la filtración propiamente dicha ya que las partículas quedan en la cara exterior de las mismas y el aire, ya limpio, penetra a través de ellas. Entonces, éste pasa a la zona superior del filtro denominado plenum limpio y por una serie de conductos sale al exterior a través de una chimenea. El filtro de mangas contienen además una serie de paneles para redireccionar el aire, dispositivos para la limpieza de las mangas y una tolva para recoger las partículas captadas. En este proceso el tamaño de partícula obtenido es aproximadamente de 10 micras en el D90.

2.2) Vía Húmeda: El proceso de separación por vía húmeda puede partir de cualquiera de los pasos 1.1, 1.2 o ser consecutivo al paso 2.1) y consiste en un proceso de separación de materiales ultrafinos vía húmeda empleando centrifugas, decanter, filtración en vibrotamiz o filtro-prensa. Un proceso preferido por la presente invención es el del uso de centrifugas. El funcionamiento de este proceso consiste en hacer entrar el producto en el equipo y someterlo a la acción de la fuerza centrífuga por efecto del rápido giro del tambor. El producto está formado por una suspensión de arcilla en un disolvente polar, típicamente pero sin sentido limitativo agua o alcoholes en una concentración de arcilla menor de un 98% en peso, más preferiblemente menor de un 75% y aun más preferiblemente menor de un 25%. La suspensión puede llevar alternativamente sustancias dispersantes o desfloculantes tales como y sin sentido limitativo carbonato de sodio o bario, silicato de sodio, compuestos de fósforo (tripolifosfato sódico, hexametáfosfato sódico) y los poliacrilatos sódicos. El producto es acelerado por una serie de nervios y se distribuye uniformemente por los canales ascendentes del juego de platos. La separación se efectúa en el juego de platos por efecto de la fuerza centrífuga. El juego de platos consta de gran cantidad de platos troncocónicos superpuestos. Los estrechos intersticios formados por los platos contiguos dividen el líquido en finas capas. De esta forma se reduce el camino radial de sedimentación que deben recorrer los sólidos. Las diminutas partículas sólidas son lanzadas contra la cara inferior de los platos y se deslizan hacia la periferia, descargándose por unas toberas distribuidas uniformemente por la periferia del tambor al exterior. El líquido, de menor peso específico se transporta hacia el centro del tambor y sube por un tubo interior arrastrando las partículas más finas en suspensión saliendo al exterior a presión. El tamaño de partícula alcanzado por este proceso es de menos de una micra en el D100.

3) Alternativamente, se puede modificar con modificadores superficiales y/o con sustancias activas o bioactivas el producto nanoparticulado del paso 2.1 y 2.2 y con posterioridad, o bien dejar en vía húmeda reteniendo el tamaño o bien secar mediante un proceso de secado (vía atomización, liofilización u otro), que conduzca a obtener un sólido del tamaño de partícula inicial presente en el producto de partida. El proceso de secado de materiales con tamaño controlado preferido por la presente invención es el uso de secadoras por atomización, el proceso de atomización es un proceso de secado, por el cual una suspensión pulverizada en finas gotas, entra en contacto con aire caliente produciéndose un sólido de bajo contenido en agua. La barbotina procedente de un depósito con un contenido en sólidos y sin sentido limitativo del 50% y una viscosidad adecuada es bombeada a la cámara del secador empleando un sistema de pulverización. La barbotina finamente nebulizada y dividida, se seca poniéndola en contacto con una corriente de gases calientes. Estos gases se obtienen calentando aire del exterior mediante el empleo de un quemador de gas y produciendo en la cámara del secador una corriente de aire caliente que provoca el secado de las gotas. La corriente de gases utilizada para secar la barbotina y obtener polvo atomizado es transportada fuera de la cámara del secador (conteniendo una gran cantidad de humedad y polvo en suspensión) hacia el ciclón y después al filtro de mangas, para finalmente evacuarla hacia el exterior por una chimenea.

El proceso de modificación mencionado comprende los procesos que se citan a continuación:

3.1) Pre-tratamiento de las estructuras laminares en uno o en varios pasos, mediante el uso de precursores del tipo expansores como se muestra en la Tabla 1.

ES 2 364 211 A1

TABLA 1

	MODIFICADOR	d_{MODIFICADOR} (nm)	MODIFICADOR	d_{MODIFICADOR} (nm)
5				
10	<i>Caolinita sin modificar</i>	0.72	<i>Montmorillonita sin modificar</i>	0.98
15	<i>Dimetil sulfóxido (DMSO)</i>	1.11	<i>Polióxido de etileno</i>	1.12
20	<i>Nitrato de plata</i>	0.74	<i>Nitrato de plata</i>	0.99
	<i>Acetato de plata</i>	0.74	<i>Acetato de plata</i>	0.99
	<i>Cloruro de níquel</i>	0.75	<i>Cloruro de níquel</i>	0.99
	<i>Cloruro de cobalto</i>	0.76	<i>Cloruro de cobalto</i>	0.99
25	<i>Nitrato de cobre</i>	0.76	<i>Nitrato de cobre</i>	1.00
30	<i>Sulfato de amonio-hierro</i>	0.74	<i>Sulfato de amonio- hierro</i>	1.00
35	<i>N-metil formamida (NMF)</i>	1.02	<i>Acetobutirato de celulosa</i>	1.13
	<i>Hidracina hidratada</i>	1.03	<i>Butirato de calcio</i>	0.92
40	<i>Agua</i>	0.78	<i>Acetoisobutirato de sacarosa</i>	1.08
	<i>Alcoholes</i>	1.10	<i>Butirato de manganeso</i>	0.95
45	<i>Hidracina anhidra</i>	0.96	<i>Carboximetil almidón</i>	>3
	<i>Acetamida</i>	1.09	<i>Almidón</i>	1.21
	<i>DMSO+Metanol(MeOH)</i>	1.12	<i>Hidroxietilalmidón</i>	1.15
50	<i>Acido hexanoico</i>	1.23	<i>Hidroxipropilalmidón</i>	1.14
	<i>Acrilamidas</i>	1.44	<i>Adonitol</i>	1.04
55	<i>Glucosa</i>	1.25	<i>Sorbitol</i>	1.19
	<i>Archilamida</i>	1.14	<i>Dibencilidensorbitol</i>	1.16
	<i>Acido salicílico</i>	1.07	<i>Etilen glicol</i>	0.95
60	<i>Acetato de manganeso</i>	1.41	<i>Polipropilenglicol</i>	1.01
	<i>Caprolactama</i>	1.18	<i>Propilenglicol</i>	1.01
65	<i>Acetato de vinilo</i>	1.21	<i>Acido glicólico</i>	1.06

ES 2 364 211 A1

5	<i>Acetato potásico</i>	1.39	<i>Trietilenglicol</i>	1.08
	<i>Acido tánico</i>	1.09	<i>Tetraetilenglicol</i>	1.06
	<i>Acido maléico</i>	1.20	<i>Glicerol</i>	1.02
	<i>Anhídrido maléico</i>	1.20	<i>1,2-Propanodiol</i>	1.09
10	<i>Acido láctico</i>	1.08	<i>1,3-Propanodiol</i>	0.98
	<i>Acido adípico</i>	1.03	<i>Polietilen glicol</i> <i>M_w=1000</i>	1.11
15	<i>Acido acético</i>	1.10	<i>Polietilen glicol</i> <i>M_w=3400</i>	1.12
20	<i>Acetaldehído</i>	0.91	<i>Sorbitano</i>	1.09
	<i>Acido butírico</i>	1.01	<i>Dipropilenglicol</i>	1.03
25	<i>Tetrafluoroetileno</i>	0.98	<i>Diethylenglicol</i>	1.04
	<i>Clorotrifluoroetileno</i>	1.05	<i>Vinilpirrolidona</i>	1.23
30	<i>Hexametileno</i>	1.02	<i>Versatato de vinilo</i>	1.11

Preferiblemente los expansores se seleccionan del grupo formado por DMSO, alcoholes, acetatos, o agua y mezcla de los anteriores, y sales metálicas de plata, cobre, hierro, níquel o cobalto, que activan los finos mediante un incremento inicial del espaciado basal de las láminas y modifican las características superficiales de la arcilla. La penetración de los precursores se acelerará sin sentido limitativo mediante el uso de temperatura, un homogenizador de régimen turbulento, ultrasonidos, fluidos supercríticos, agentes defloculantes tales como acrilatos y/o fosfatos, presión o mezcla de los anteriores. El secado de estos con tamaño controlado, previo lavado o no con agua o alcoholes, se puede realizar tal y como se describió con anterioridad. Según otra realización preferida de la presente invención, la disolución del precursor intercalado se podrá utilizar, sin un proceso previo de lavado y/o secado, como medio de partida para la siguiente etapa de incorporación del modificador.

3.2) Adicionalmente, o opcionalmente, se pueden intercalar en base acuosa o con solventes polares, sustancias inorgánicas, orgánicas o híbridas en la estructura laminar. En este mismo sentido, los compuestos a intercalar se seleccionan y sin sentido limitativo del grupo formado por PVOH, EVOH y derivados de la misma familia, y/o biopolímeros tales como péptidos y proteínas naturales o sintéticas vía química o modificación genética de microorganismos o plantas y polisacáridos naturales o sintéticos vía química o modificación genética de microorganismos o plantas y polipéptidos, lípidos, ácidos nucleicos y polímeros de ácidos nucleicos sintéticos obtenidos vía química o por modificación genética de microorganismos o plantas, y poliésteres biodegradables tales como el ácido poliláctico, poliláctico-glicólico, policaprolactona, ácido adípico y derivados y los polidroxialcanoatos, preferiblemente polidroxibutirato y sus copolímeros con valerianos, materiales biomédicos tales como las hidroxipatitas y fosfatos de sales orgánicas, y o antioxidantes naturales o sintéticos (preferiblemente polifenoles, tales como, pero sin limitarse a, resveratrol o flavonoides, extractos vegetales tales como, pero sin limitarse a, eugenol o extractos de romero y vitaminas, preferiblemente tocoferoles y tocotrienoles o ácido ascórbico/vitamina C). También se pueden intercalar sales de amonio cuaternario - preferiblemente sales permitidas para contacto alimentario (esto es que se encuentren recogidas en las listas de monómeros y otras sustancias de partida autorizadas por la legislación para usarse en la fabricación de materiales y objetos plásticos) tales como y sin sentido limitativo el bromuro de hexadeciltrimetilamonio, esteres de polietilenglicol con ácidos alifáticos monocarboxílicos (C6-C22) y sus sulfatos de amonio y sodio, ácido perfluorooctanoico y su sal de amonio, copolímeros cloruro de N-metacrililoiloxietil-N,N-dimetil-N-carboximetilamonio, cloruro de bis(2-hidroxietil)-2-hidroxipropil-3-(dodeciloxi) metilamonio; y quitosano y sus derivados, plata, hierro, cobre, níquel y/o sus sales orgánicas o inorgánicas, y otras partículas o nanopartículas con propiedades antimicrobianas, antioxidantes o secuestradoras de oxígeno y/o combinaciones de todos los anteriores.

Cuando el material inorgánico que se intercala está basado en metales tales como plata o sales orgánicas y/o inorgánicas de plata, cobre, hierro cobalto, níquel u otros metales con poder antimicrobiano y/o secuestrador de oxígeno, se puede aplicar posteriormente un tratamiento físico o químico para cambiar el estado de oxidación del centro metálico intercalado, total o parcialmente. Estos tratamientos incluyen sin sentido limitativo: recocido a altas temperaturas (250-1200°C), radiación UV, radiación infrarroja, radiación microondas, reducción química por etanol y/o NaBH₄ y/u

ES 2 364 211 A1

otros agentes reductores químicos. Al concluir cualquiera de estos tratamientos se habrá modificado el grado de oxidación del centro metálico, de manera total o parcial, (plata, cobre, hierro, níquel, zinc, cobalto, u otro metal empleado), confiando al material propiedades antimicrobianas y/o secuestradoras de oxígeno más o menos intensas.

5 Cuando el material orgánico que se intercala es el EVOH o cualquier material de la familia del mismo con contenidos molares de etileno preferiblemente menores de un 48%, y más preferiblemente menores de 29%, estos mismos se llevan hasta saturación en medio acuoso o en disolventes específicos de tipo alcohólico y mezclas de alcoholes y agua, más preferiblemente de agua e isopropanol en proporciones en volumen de agua mayores de un 50%.

10 Por otro lado, los biopolímeros con o sin plastificantes, con o sin entrecruzantes y con o sin emulsionantes o tensoactivos u otro tipo de nanoaditivos, son del grupo formado por los polisacáridos sintéticos y naturales (vegetal o animal) tales como celulosa y derivados, carragenatos y derivados, alginatos, dextrano, goma arábiga y preferiblemente el quitosano o cualquiera de sus derivados tanto naturales como sintéticos, más preferiblemente las sales de quitosano y aún más preferiblemente el acetato de quitosano, y proteínas tanto derivadas de plantas y animales como
15 proteínas del maíz (zeína), los derivados del gluten, tales como gluten o sus fracciones gliadinas y gluteninas y más preferiblemente gelatina, caseína y las proteínas de soja y derivados de estos, así como polipéptidos naturales o sintéticos preferiblemente del tipo elastina obtenidos por vía química o modificación genética de microorganismos o plantas, lípidos tales como cera de abeja, cera de carnauba, cera de candelilla, *shellac* y ácidos grasos y monoglicéridos y/o mezclas de todos los anteriores.

20 En el caso del quitosano el grado de desacetilación será preferiblemente superior al 80% y más preferiblemente superior al 87%. La penetración de los precursores se acelerará mediante el uso de temperatura, un homogenizador de régimen turbulento, ultrasonidos, presión o mezcla de los anteriores.

25 En un paso posterior, o alternativo a la modificación de los finos pre-tratados con los precursores y modificantes previamente propuestos, que pueden haber sido lavados y/o secados o mantenerse en medio líquido, se añadirán sustancias de bajo peso molecular que tienen carácter activo o bioactivo al objeto de que bien se intercalen y se queden fijados o bien se liberen de forma controlada dando lugar a compuestos con capacidad activa o bioactiva. Las sustancias activas serán etanol, o etileno, o del tipo aceites esenciales (preferiblemente timol, carvacrol, linalol y mezclas), o péptidos antimicrobianos de reducido tamaño (preferiblemente bacteriocinas) naturales u obtenidos por modificación
30 genética (preferiblemente nisinas, enterocinas, lacticinas y lisozima), o antioxidantes naturales o sintéticos (preferiblemente polifenoles, tales como, pero sin limitarse a, resveratrol o flavonoides, extractos vegetales tales como, pero sin limitarse a, eugenol o extractos de romero y vitaminas, preferiblemente tocoferoles y tocotrienoles o ácido ascórbico/vitamina C) o fármacos, o enzimas o compuestos de calcio biodisponibles, aceites marinos, probióticos, simbióticos o prebióticos (fibra no digerible), o sales metálicas orgánicas e inorgánicas (preferiblemente de plata, cobre, hierro, níquel o cobalto) o mezcla de los anteriores. Estos elementos se espera que se puedan quedar fijos y/o posteriormente liberarse desde el nanocompuesto hacia el producto de forma controlada (control de la matriz) y ejerzan su papel activo o bioactivo, y/o que se puedan liberar desde la matriz y que las nanoarcillas controlen la cinética (control del nanoaditivo). Los contenidos a añadir son en general inferiores a un 80% en volumen de la disolución, preferiblemente
40 menores de un 12% y más preferiblemente menores de un 8%. La penetración de estas sustancias se acelerará y sin sentido limitativo mediante el uso de temperatura, un homogenizador de régimen turbulento, ultrasonidos, presión o mezcla de los anteriores.

45 En cualquiera de las etapas anteriores en la preparación de las nanoarcillas que implique vía húmeda se puede contemplar el uso de agentes desfloculantes para facilitar el procesado, tales como y sin sentido limitativo polifosfatos y/o acrilatos.

50 Finalmente se obtendrá un producto en vía líquida o en vía seca. Si hay un paso de secado se obtendrá un polvo con tamaño de partícula controlado según se describió con anterioridad. En caso contrario se aditivará durante el paso 4 directamente en vía líquida.

4) Incorporación del producto de los pasos dos (vía seca o húmeda) y tres (vía seca o vía húmeda) a una matriz plástica o cerámica mediante cualquier procedimiento de procesado de plásticos (tales como disolución y evaporación del disolvente, polimerización *in situ* y mezclado en fundido) o de cerámicas (preparación de polvos típicamente empleada en la fabricación de productos cerámicos que implican molienda, secadora en general y típicamente atomización, prensado o extrusión, esmaltación en el caso de productos esmaltados, y cocido).

55 A causa del control en el tamaño en las tres dimensiones de las partículas obtenidas mediante el procedimiento de la presente invención que puede ir hasta niveles submicrométricos o nanométricos (de hasta por debajo de las 500 nanómetros), su utilización resulta ventajosa en aquellas aplicaciones en las que se requieran tamaños de partícula controlados y por debajo de las 15 micras, preferentemente por debajo de las 3 micras y más preferentemente por debajo de la micra, tales como recubrimientos finos o nanorefuerzos de plásticos y otros materiales.

65 En otro aspecto, la presente invención se refiere a un producto obtenible mediante el procedimiento anteriormente descrito.

En otro aspecto, la presente invención se refiere al uso del producto mencionado como aditivo en matrices plásticas o cerámicas con el objetivo de obtener materiales nanocompuestos.

Las partículas de filosilicatos obtenidas por el procedimiento de la presente invención tienen como objetivo mejorar propiedades físicas de los materiales matriz que las contengan. Estos materiales adquieren así unas propiedades tales como mayor resistencia térmica o mecánica, capacidad de barrera a gases y a vapores, capacidad nucleante en espumas, capacidad de bloqueo a radiaciones electromagnéticas, capacidad de intercalación y liberación controlada de sustancias
5 activas (antimicrobianos, antioxidantes y absorbedores de oxígeno) y bioactivas (liberación de probióticos, prebióticos, antioxidantes, nutraceuticos y fármacos) con mínimo impacto en las propiedades ópticas y de flexibilidad o resistencia a impacto, y con resistencia al fuego. Esto es el resultado de que estas nanoarcillas naturales y/o sintéticas pueden o no estar intercaladas con materiales de tipo orgánico o con híbridos orgánicos/inorgánicos o con sustancias activas o bioactivas tal y como se menciona en el paso 4.

10 Los filosilicatos obtenidos por el procedimiento de la presente invención están diseñados para su uso en la mejora de propiedades de materiales, preferentemente plásticos, bioplásticos y materiales cerámicos, en aplicaciones multisectoriales tales como recubrimientos finos y para reforzar materiales en aplicaciones de envasado, automoción, textiles, biomédico y farmacéutico, en cosmética, construcción, cremas solares, aplicaciones de protección frente a UV-Vis, liberación controlada y en aplicaciones de espumado como agentes nucleantes.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra “comprende” y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención.
20 Los siguientes ejemplos y dibujos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

25 Descripción de las figuras

La Fig. 1 presenta el análisis granulométrico de una arcilla caolinita antes del proceso de nanoparticulación obtenido mediante un analizador láser de partículas (modelo comercial Malver Mastersizer 2000). La gráfica nos muestra la distribución del tamaño de las partículas.

30 La Fig. 2 presenta el análisis granulométrico de una arcilla montmorillonita antes del proceso de nanoparticulación obtenida mediante un analizador láser de partículas (modelo comercial Malver Mastersizer 2000). La gráfica nos muestra la distribución del tamaño de las partículas.

35 La Fig. 3 presenta el análisis granulométrico de una arcilla del tipo vermiculita antes del proceso de nanoparticulación obtenida mediante un analizador láser de partículas (modelo comercial Malver Mastersizer 2000). La gráfica nos muestra la distribución del tamaño de las partículas.

40 La Fig. 4 presenta el análisis granulométrico de una arcilla caolinita después del proceso de nanoparticulación obtenida mediante un analizador láser de partículas (modelo comercial Malver Mastersizer 2000). La gráfica nos muestra la distribución del tamaño de las partículas.

45 La Fig. 5 presenta el análisis granulométrico de una arcilla montmorillonita después del proceso de nanoparticulación obtenida mediante un analizador láser de partículas (modelo comercial Malver Mastersizer 2000). La gráfica nos muestra la distribución del tamaño de las partículas.

La Fig. 6 presenta el análisis granulométrico de una arcilla de tipo vermiculita después del proceso de nanoparticulación obtenida mediante un analizador láser de partículas (modelo comercial Malver Mastersizer 2000). La gráfica nos muestra la distribución del tamaño de las partículas.

50 La Fig. 7 presenta el sinóptico de un clasificador vía seca.

La Fig. 8 presenta el sinóptico de un clasificador vía húmeda.

55 La Fig. 9 presenta el análisis granulométrico obtenido por el secador, donde se observa que se retiene el tamaño de partícula.

60 La Fig. 10 presenta el resultado en propiedades ópticas de la incorporación de caolinita de dos tamaños de partícula, uno alto y otro bajo, en un plástico tipo copolímero de etileno y alcohol vinílico conteniendo un 32% molar de etileno (EVOH) vía extrusión de plástico y su posterior obtención de lámina por compresión desde el fundido.

Ejemplos

65 A continuación se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la especificidad y efectividad del procedimiento de la presente invención.

ES 2 364 211 A1

Ejemplo 1

Partimos de una arcilla del tipo caolinita procedente de la cantera, la depositamos en una tolva y mediante un tornillo de Arquímedes la sometemos a la acción mecánica de unos martillos que la molturan para reducir su tamaño. A partir de aquí y utilizando un sistema de clasificación dinámico es decir uso de ciclón y clasificador se obtiene una distribución de tamaños como refleja la figura 1. Estas partículas puede ser utilizadas ya para aplicaciones multisectoriales.

Preparamos una suspensión uno a tres partes de arcilla del tipo caolinita procedente del ciclón y agua respectivamente, la introducimos en un desleidor para obtener una buena dispersión de la arcilla en el agua y tras media hora la bombeamos a un depósito. Introducimos la barbotina (suspensión de arcilla y agua) en el equipo empleando una bomba de tornillo equipada con un variador de frecuencia para controlar el caudal a suministrar. A la centrifuga le montamos boquillas de 0,8 mm de diámetro obteniendo un caudal por la fase sólida de 1500 l/h, al introducir más caudal del que puede clarificar la centrifuga, por la fase líquida obtenemos una suspensión de agua con nanopartículas de arcilla caolínica del tamaño de una micra en la mayor de sus dimensiones (figura 4).

Esta suspensión lleva un contenido muy elevado de agua, volvemos a utilizar la centrifuga para concentrar el producto pero ahora introducimos un caudal de bomba menor, para que la centrifuga clarifique bien y obtengamos por la fase líquida agua, mientras que por la fase sólida obtenemos las nanopartículas de arcilla concentrada.

Alternativamente se puede utilizar las nanopartículas de arcilla concentrada o secar el producto nanoparticulado del paso anterior, utilizando el proceso de secado. Las nanopartículas de arcilla concentrada las bombeamos a la cámara del secador el cual esta a unos 400°C de temperatura de entrada, depresión 60 mmH₂O, temperatura de salida 120°C y presión de bomba de alimentación unos 18 bares obteniendo partículas de nanoarcilla seca con un contenido en humedad por debajo de 0,5% y una granulometría igual o un poco inferior a la de entrada (ver Figura 9).

Incorporamos este producto secado o la suspensión concentrada del paso anterior a una matriz plástica o cerámica mediante cualquier procedimiento de procesado de plásticos (tales como disolución y evaporación del disolvente, polimerización *in situ* y mezclado en fundido) o de cerámicas (preparación de polvos típicamente empleada en la fabricación de productos cerámicos que implican molienda, secado en general y típicamente atomización, prensado o extrusión, esmaltación en el caso de productos esmaltados, y cocido).

Como ejemplo concreto, la figura 10 muestra que, después de la incorporación de dos arcillas (diferente tamaño de partícula) en aditivación vía líquida a un proceso de extrusión con EVOH32 (copolímero de etileno y alcohol vinílico conteniendo un 32% molar de etileno) seguido de un proceso de granceado (obtención del granulado en la foto) y su posterior moldeo por compresión desde el fundido en una prensa de platos calientes para obtener films (films por compresión de 172 micras), las propiedades ópticas, esto es la transparencia, del producto con menor tamaño de partícula se incrementa.

Ejemplo 2

Partimos de una arcilla del tipo montmorillonita procedente de la cantera, la depositamos en una tolva y mediante un tornillo de Arquímedes la sometemos a la acción mecánica de unos martillos que la molturan hasta reducir su tamaño. A partir de aquí y utilizando un sistema de clasificación dinámico es decir uso de ciclón y clasificador se obtiene una distribución de tamaños como refleja la figura 2. Estas partículas pueden ser utilizadas ya para aplicaciones multisectoriales.

Preparamos una suspensión uno a tres partes de arcilla del tipo montmorillonita procedente del ciclón y agua respectivamente, la introducimos en un desleidor para obtener una buena dispersión de la arcilla en el agua y tras media hora la bombeamos a un depósito.

Introducimos la barbotina (suspensión de arcilla y agua) en el equipo empleando una bomba de tornillo equipada con un variador de frecuencia para controlar el caudal a suministrar. A la centrifuga le montamos boquillas de 0,8 mm de diámetro obteniendo un caudal por la fase sólida de 1500 l/h, al introducir más caudal del que puede clarificar la centrifuga, por la fase líquida obtenemos una suspensión de agua con nanopartículas de arcilla montmorillonita del tamaño de una micra en la mayor de sus dimensiones (figura 5).

Esta suspensión lleva un contenido muy elevado de agua, volvemos a utilizar la centrifuga para concentrar el producto pero ahora introducimos un caudal de bomba menor, para que la centrifuga clarifique bien y obtengamos por la fase líquida agua, mientras que por la fase sólida obtenemos las nanopartículas de arcilla concentrada.

Alternativamente se puede utilizar las nanopartículas de arcilla concentrada o secar el producto nanoparticulado del paso anterior, utilizando el proceso de secado. Las nanopartículas de arcilla concentrada las bombeamos a la cámara del secador el cual esta a unos 400°C de temperatura de entrada, depresión 60 mmH₂O, temperatura de salida 120°C y presión de bomba de alimentación unos 18 bares obteniendo partículas de nanoarcilla secada con un contenido en humedad por debajo de 0,5% y una granulometría igual o un poco inferior a la de entrada.

ES 2 364 211 A1

Incorporamos este producto secado o la suspensión concentrada del paso anterior a una matriz plástica o cerámica mediante cualquier procedimiento de procesamiento de plásticos (tales como disolución y evaporación del disolvente, polimerización *in situ* y mezclado en fundido) o de cerámicas (preparación de polvos típicamente empleada en la fabricación de productos cerámicos que implican molienda, secado en general y típicamente atomizado, prensado o extrusión, esmaltación en el caso de productos esmaltados, y cocido).

Ejemplo 3

Partimos de una arcilla del tipo vermiculita deshidratada. La vermiculita al estar deshidratada no posee apenas agua en los espacios interlaminares. La depositamos en un reactor que esta temperado a unos 60°C y lleno de agua. Tras 20 horas en agitación, con ultraturax y a esa temperatura obtenemos la vermiculita hidratada (figura 3). Tamizamos y desferrizamos la barbotina empleando un tamiz de 45 micras de luz de malla o paso eliminando las partículas mayores de esa dimensión y posibles agregados férricos que pudiera llevar la vermiculita.

Introducimos la barbotina (suspensión de arcilla y agua) en el equipo empleando una bomba de tornillo equipada con un variador de frecuencia para controlar el caudal a suministrar. A la centrifuga le montamos boquillas de 0,5 mm de diámetro obteniendo un caudal por la fase sólida de 550 l/h, al introducir más caudal del que puede clarificar la centrifuga, por la fase líquida obtenemos una suspensión de agua con nanopartículas de arcilla vermiculítica del tamaño de una micra en la mayor de sus dimensiones (figura 6).

Esta suspensión lleva un contenido muy elevado de agua, volvemos a utilizar la centrifuga para concentrar el producto pero ahora introducimos un caudal de bomba menor, para que la centrifuga clarifique bien y obtengamos por la fase líquida agua, mientras que por la fase sólida obtenemos las nanopartículas de arcilla concentrada.

Alternativamente se puede utilizar las nanopartículas de arcilla concentrada o secar el producto nanoparticulado del paso anterior, utilizando el proceso de secado. Las nanopartículas de arcilla concentrada las bombeamos a la cámara del secador el cual esta a unos 400°C de temperatura de entrada, depresión 60 mmH₂O, temperatura de salida 120°C y presión de bomba de alimentación unos 18 bares obteniendo partículas de nanoarcilla secada con un contenido en humedad por debajo de 0,5% y una granulometría igual o un poco inferior a la de entrada.

Incorporamos este producto secado o la suspensión concentrada del paso anterior a una matriz plástica o cerámica mediante cualquier procedimiento de procesamiento de plásticos (tales como disolución y evaporación del disolvente, polimerización *in situ* y mezclado en fundido) o de cerámicas (preparación de polvos típicamente empleada en la fabricación de productos cerámicos que implican molienda, secado en general y típicamente atomización, prensado o extrusión, esmaltación en el caso de productos esmaltados, y cocido).

Ejemplo 4

Partimos de una arcilla del tipo montmorillonita procedente de la cantera, la depositamos en una tolva y mediante un tornillo de Arquímedes la sometemos a la acción mecánica de unos martillos que la molturan hasta reducir su tamaño. Mediante los procesos de clasificación descrito en el ejemplo 2 clasificamos a un tamaño de partícula controlado hasta obtener un D100 de 1 micra, posteriormente procedemos a realizar la modificación con bromuro de hexadeciltrimetilamonio. El presente ejemplo describe la modificación de una montmorillonita con 20% de sal de amonio. La modificación la realizaremos en un reactor atemperado a 60°C, el cual dispone de un agitador en forma de anfora y un homogenizador, su capacidad son 4000 litros. El primer paso introducimos 320 kg de arcilla montmorillonita. Ponemos la disolución en agitación y durante 90 minutos le aplicamos homogenización. Introducimos en un deposito con agitador, 2000 litros de agua osmotizada a una temperatura de 60°C, le añadimos la sal de amonio y lo ponemos en agitación hasta que la disolución este totalmente transparente, es decir, la sal este totalmente disuelta en el agua. Seguidamente, añadimos la disolución de sal de amonio y agua en el reactor. Mezclamos todo manteniéndolo en agitación y a una temperatura de 60°C durante 24 horas. Transcurrido este periodo de tiempo, procedemos a descargar el reactor con la arcilla modificada. Pasamos toda la disolución por un desferrizador para eliminar posibles impurezas ferromagnéticas. Sometemos a la arcilla a una serie de lavados para eliminar el exceso de sal.

Las partículas de arcilla modificada con la sal de amonio son bombeadas a la cámara del secador, el cual, esta a unos 190°C de temperatura de entrada y una temperatura de salida 108°C, obteniendo partículas de nanoarcilla secada con un contenido en humedad por debajo de 0,5% y una granulometría igual o un poco inferior a la de entrada.

Incorporamos este producto secado a una matriz plástica o cerámica mediante cualquier procedimiento de procesamiento de plásticos (tales como disolución y evaporación del disolvente, polimerización *in situ* y mezclado en fundido) o de cerámicas (preparación de polvos típicamente empleada en la fabricación de productos cerámicos que implican molienda, secado en general y típicamente atomizado, prensado o extrusión, esmaltación en el caso de productos esmaltados, y cocido).

ES 2 364 211 A1

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos con tamaño controlado que comprende al menos las siguientes etapas:
- a) Disminución del tamaño de partícula del filosilicato de partida hasta un tamaño entre 5 y 100 micras en D90 y
- 10 b) Extracción controlada de las partículas que tienen un tamaño de entre 0,05 a 15 micras en D100.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1 donde el filosilicato de partida de la etapa (a) es un filosilicato laminar que se selecciona entre caolinita, montmorillonita, pirofilita, bentonita, esmectita, hectorita, sepiolita, saponita, laponita, halloisita, vermiculita, mica, clorita, illita o mezclas de los mismos.
3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2 que además incluye una etapa de modificación superficial del filosilicato con modificadores superficiales y/o sustancias activas o bioactivas que comprende el pre-tratamiento de dicho filosilicato con precursores del tipo expansores.
- 20 4. Procedimiento según la reivindicación 3 donde los precursores de tipo expansores se selecciona entre DMSO, alcoholes, acetatos, agua y mezcla de los anteriores, o sales metálicas de plata, cobre, hierro, níquel o cobalto.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 3 ó 4 que además comprende una etapa de intercalado en base acuosa o con solventes polares de sustancias inorgánicas, orgánicas o híbridas.
- 25 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 donde la disminución del tamaño de partícula del filosilicato de la etapa (a) se realiza hasta un tamaño entre 5 y 30 micras en el D90.
- 30 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 donde la disminución del tamaño de partícula de la etapa (a) se realiza por vía seca.
8. Procedimiento según la reivindicación 7 donde la disminución del tamaño de partícula se realiza mediante molienda.
- 35 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 donde la disminución del tamaño de partícula de la etapa (a) se realiza por vía húmeda.
10. Procedimiento según la reivindicación 9 donde la disminución del tamaño de partícula se realiza mediante el uso de desleidores.
- 40 11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 donde la extracción en la etapa (b) se realiza por vía seca.
- 45 12. Procedimiento según la reivindicación 11 donde la extracción por vía seca se realiza mediante el uso de clasificadores dinámicos.
13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 donde la extracción en la etapa (b) se realiza por vía húmeda.
- 50 14. Procedimiento según la reivindicación 13 donde la extracción por vía húmeda se realiza mediante el uso de centrifugas.
15. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 13 ó 14 en el que además se realiza una etapa de secado.
- 55 16. Producto obtenible por el procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15.
17. Uso del producto según la reivindicación 16 como aditivo para incorporar en matrices plásticas o cerámicas.
- 60
- 65

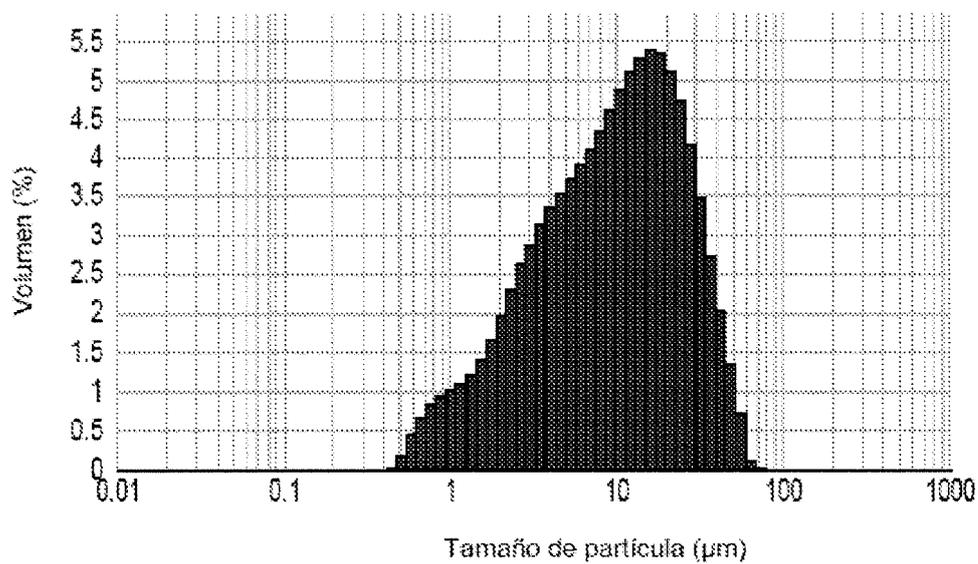


Fig. 1

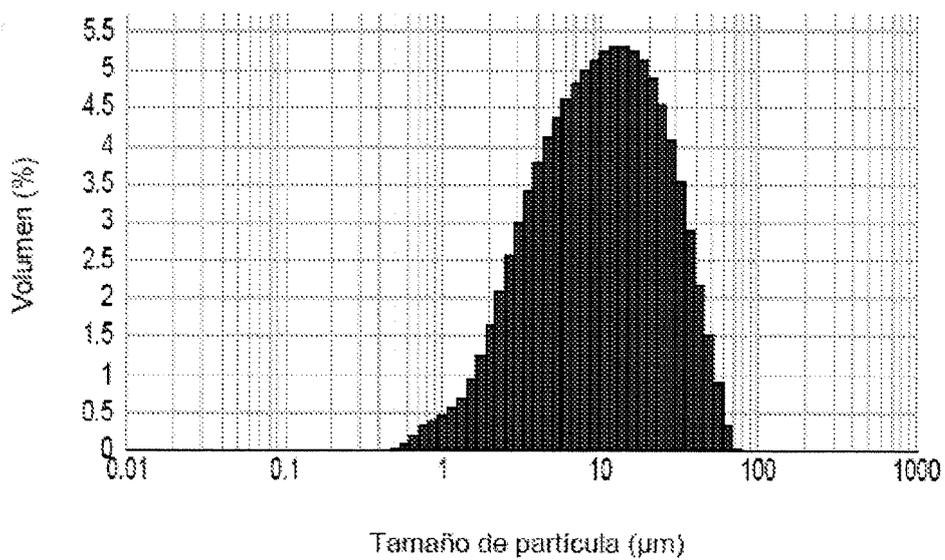


Fig. 2

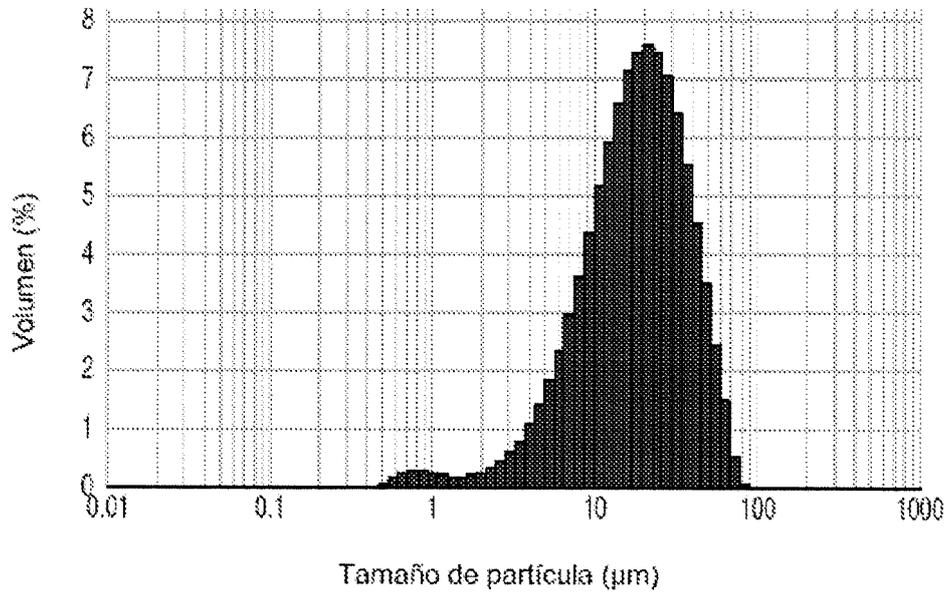


Fig. 3

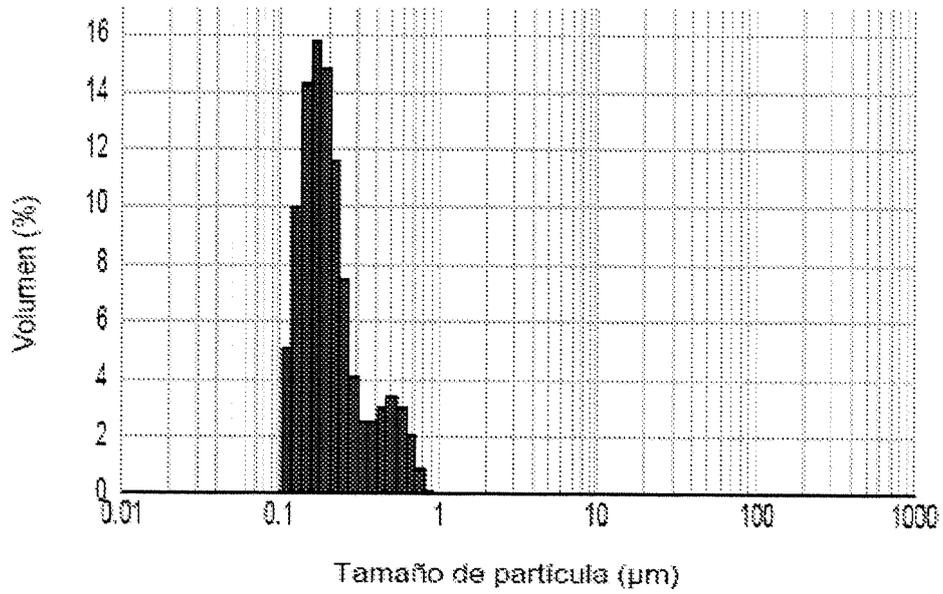


Fig. 4

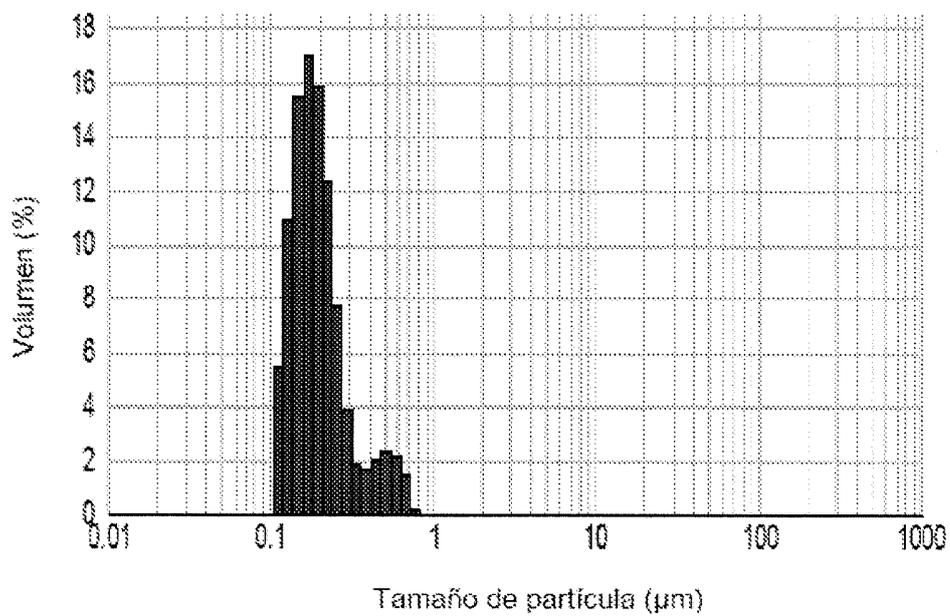


Fig. 5

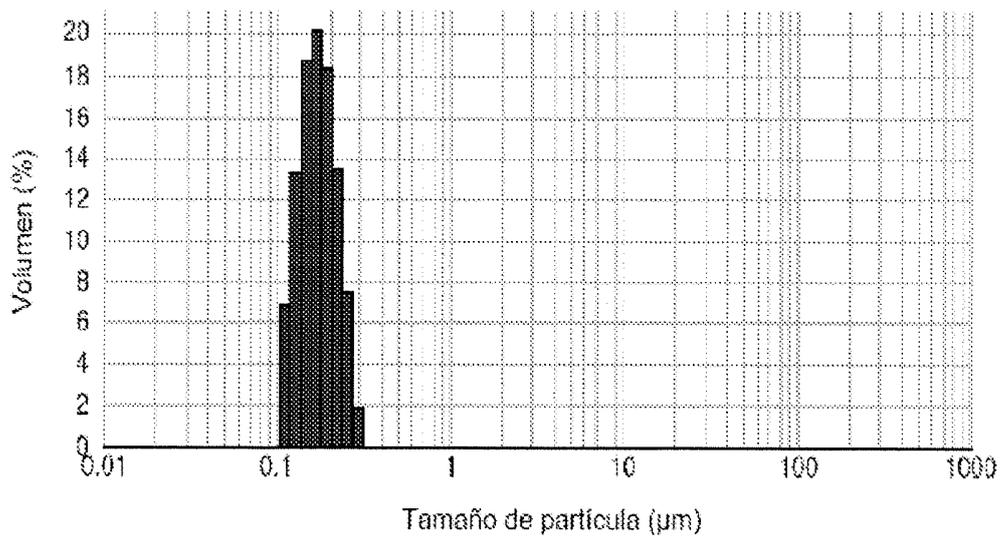
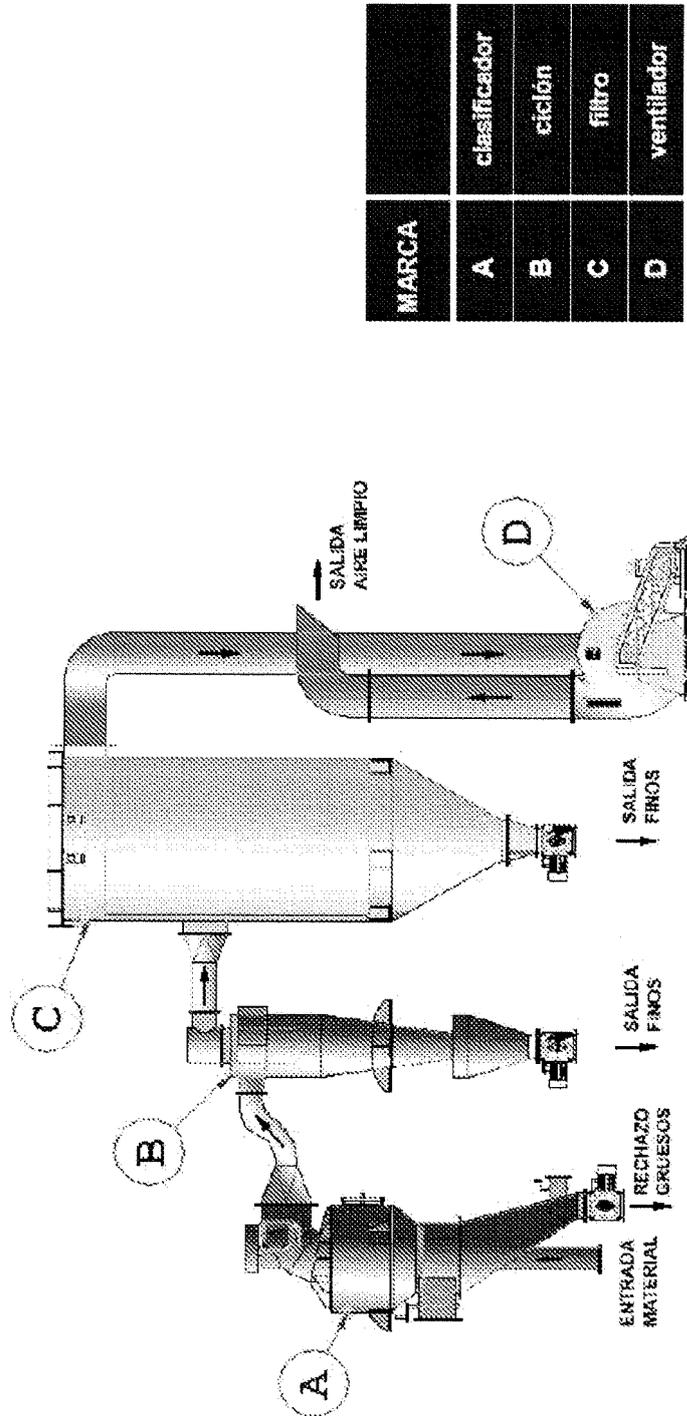


Fig. 6



MARCA	
A	clasificador
B	ciclón
C	filtro
D	ventilador

Fig. 7

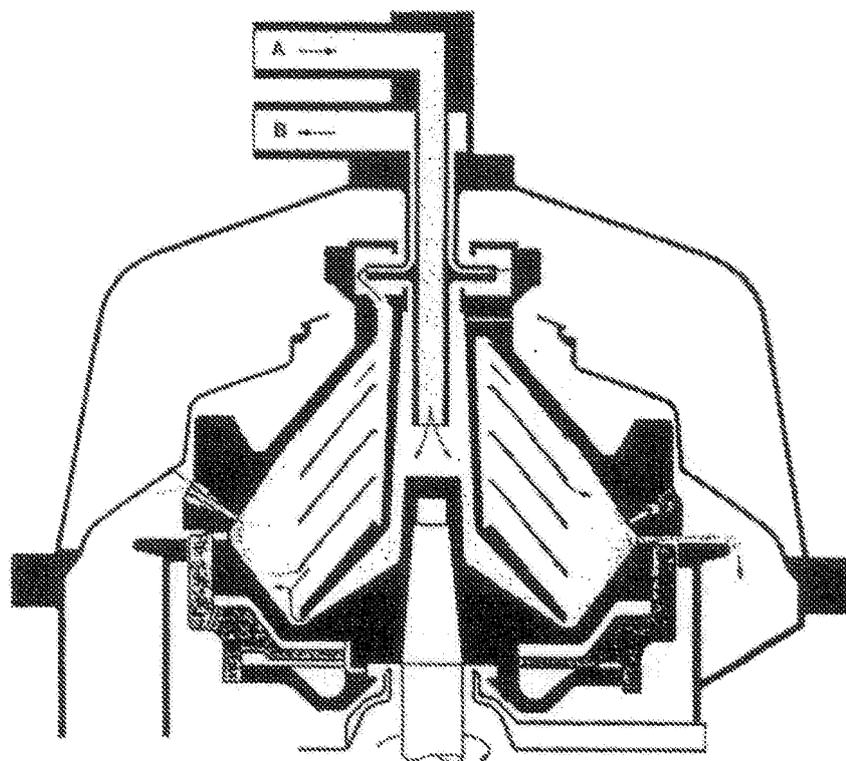


Fig. 8

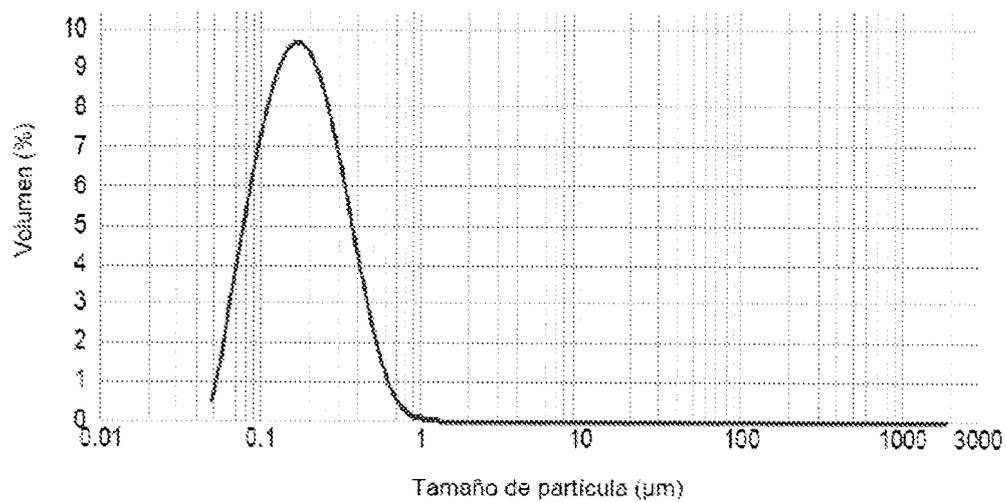


Fig. 9

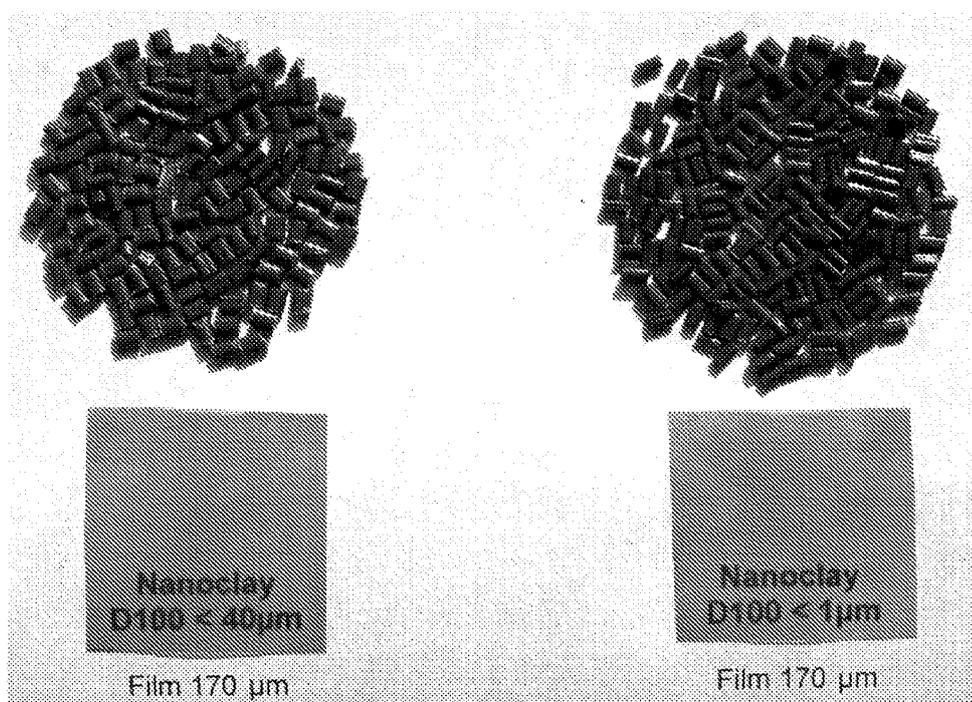


Fig. 10



OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②¹ N.º solicitud: 201030215

②² Fecha de presentación de la solicitud: 16.02.2010

③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤¹ Int. Cl.: **C01B33/38** (01.01.2006)
C08K3/34 (01.01.2006)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	WO 2009065986 A1 (NANOBIOMATTERS S L et al.) 28.05.2009, página 5, línea 30 – página 8; página 10, línea 15.	1-17
X	WO 2009156975 A1 (NANOBIOMATTERS S L et al.) 30.12.2009, páginas 8-21; reivindicaciones 1-3,13,22-24,27-29,32.	1-17
X	EP 1985585 A1 (NANOBIOMATTERS S L) 29.10.2008, páginas 3-4.	1-17
X	US 2002098309 A1 (UNIV SOUTH CAROLINA RES FOUNDA) 25.07.2002, párrafos 6,56,64-66,118,121.	1-2,7-8,16-17
X	WO 2006110627 A1 (UNIV SOUTH CAROLINA et al.) 19.10.2006, páginas 4-6.	1-2,7-8,16-17

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe
19.01.2011

Examinador
A. Urrecha Espluga

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C01B, C08K

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, XPESP, NPL, TXTUS.

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 19.01.2011

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 9-10, 12, 14-15	SI
	Reivindicaciones 1-8, 11, 13, 16-17	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-17	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	WO 2009065986 A1 (NANOBIOMATTERS S L et al.)	28.05.2009

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un procedimiento de obtención de partículas de filosilicatos con tamaño controlado, el producto obtenido por dicho procedimiento y su uso como aditivo en matrices plásticas o cerámicas.

El documento D01 divulga materiales nanocompuestos (partículas de nanocompuestos poliméricas) que se obtienen a través de la incorporación de nanocargas de filosilicatos laminares (preferiblemente vermiculita y caolinita) en matrices plásticas. El procedimiento de fabricación comprende la disminución del tamaño de las partículas laminares mediante acción mecánica, por ejemplo, molienda y la filtración en vibrotamiz, filtro prensa o cualquier otro sistema de filtración ya sea por vía seca o húmeda hasta un intervalo comprendido entre 0.01-100 μm , preferentemente se consigue un tamaño de partícula por debajo de 25 μm y más preferiblemente por debajo de 3 μm en D90. El procedimiento también comprende el pre-tratamiento de los filosilicatos laminares con precursores del tipo expansores (DMSO, alcoholes, acetatos, o agua, y mezcla de lo anteriores) y opcionalmente una etapa de intercalado en base acuosa o con solventes polares de sustancias inorgánicas, orgánicas o híbridas (página 5, línea 30- páginas 8; página 10, línea 15).

Por tanto, el objeto técnico de las reivindicaciones 1-8, 11, 13, 16 y 17 carece de novedad a la luz de lo divulgado en D01 (Art.6 LP).

Las reivindicaciones dependientes 9-10, 12, 14-15 no contienen ninguna característica que, en combinación con las características de cualquier reivindicación de la que dependen, cumplan las exigencias con respecto a actividad inventiva, ya que son variantes de proceso que se consideran dentro del alcance de la práctica habitual seguida por el experto en la materia (Art.8 LP).