

# CÓMO MEJORAR LA DISPERSIÓN DE DERIVADOS DE GRAFENO EN RESINAS POLIMERIZABLES

**P** PATENTED TECHNOLOGY

## CONTACT DETAILS:

Relaciones con la Empresa  
Oficina de Transferencia de Resultados de la Investigación-OTRI  
Universidad de Alicante  
Tel.: +34 96 590 99 59  
Email: [areaempresas@ua.es](mailto:areaempresas@ua.es)  
<http://innoua.ua.es>

## ABSTRACT

El Laboratorio de Adhesión y Adhesivos de la Universidad de Alicante, junto con la empresa Dental Global Training, han desarrollado un novedoso procedimiento para preparar resinas polimerizables con derivados de grafeno (nanofibras y nanoláminas) empleando una técnica de polimerización in situ muy sencilla y rápida, que proporciona una excelente dispersión de los derivados de grafeno en la matriz polimérica, y es totalmente respetuosa con el medioambiente, ya que no requiere la utilización de disolventes orgánicos, ni agua, ni ultrasonidos, ni altas presiones/temperaturas, ni largos tiempos de reacción.

Las resinas obtenidas con este procedimiento se caracterizan por sus excelentes propiedades mecánicas, su bajo coste, resistencia al desgaste, facilidad de manipulación e insolubilidad en fluidos orales, por lo que tienen aplicaciones especialmente interesantes en Odontología, Traumatología y en otros sectores (Automoción, Construcción, Ingeniería civil, Ingeniería espacial, Aeronáutica, Electrónica y Óptica). Se buscan empresas interesadas en adquirir esta tecnología para su explotación comercial.



## INTRODUCTION

Las resinas acrílicas se utilizan habitualmente en aplicaciones médicas, odontológicas e industriales por sus excelentes propiedades mecánicas, ópticas, de procesabilidad y biocompatibilidad. Estas resinas polimerizan en presencia de un iniciador de radicales libres que se puede activar de dos modos diferentes:

a) Por activación física usando:

- Temperatura (resinas termopolimerizables)
- Irradiación con luz visible (resinas fotopolimerizables)

b) Por activación química con aminas terciarias o ácidos sulfínicos (resinas autopolimerizables).

Las resinas acrílicas suelen ser bicomponentes :

1. Un componente líquido (monómero): habitualmente contienen metilmetacrilato (para resinas autopolimerizables), un inhibidor y un activador; o bien dimetacrilato de uretano (para resinas fotopolimerizables), un inhibidor y un fotoiniciador. Adicionalmente, pueden contener plastificantes y agentes promotores de la adhesión química.

2. Un componente (polímero): consiste en esferas de un polímero o de un copolímero y un iniciador. Adicionalmente, puede contener pigmentos opacificadores, plastificantes, fibras y cargas.

Las resinas acrílicas se preparan mezclando los dos componentes 1+2 (monómero y polímero). Inicialmente, se produce una mezcla física seguida de una reacción química que incluye varias etapas:

- 1<sup>a</sup>) Arenosa
- 2<sup>a</sup>) Filamentosa
- 3<sup>a</sup>) Plástica
- 4<sup>a</sup>) Elástica

Para mejorar las propiedades mecánicas de las resinas acrílicas de manera que se reduzca la aparición de grietas y su propagación, así como disminuir el grado de contracción durante la polimerización, se ha desarrollado una nueva estrategia que consiste en incorporar derivados de grafeno (en forma de nanopartículas, nanofibras, nanoláminas...) a las resinas acrílicas. Para conseguir estas mejoras, resulta imprescindible obtener una dispersión eficaz de los derivados de grafeno en el seno de la matriz polimérica sólida tras la polimerización. Los métodos descritos en la literatura científica para la dispersión de derivados de grafeno son:

1. Mezcla en disolución: Para conseguir una buena dispersión en un disolvente es necesario funcionalizar los derivados de grafeno. Por otra parte, aunque se realicen numerosas etapas de secado, el material polimerizado contiene disolvente residual.
2. Mezcla en fundido: No se requiere la adición de disolventes, pero los derivados de grafeno no se dispersan suficientemente, por lo que se precisa emplear métodos de homogeneización más agresivos, lo que puede provocar el deterioro de las nanopartículas.
3. Polimerización in situ: Consiste en dispersar los derivados de grafeno en el polímero líquido, añadiendo posteriormente el iniciador y el polímero, para iniciar posteriormente la polimerización mediante la aplicación de calor o radiación.

#### TECHNICAL DESCRIPTION

Actualmente, el proceso de incorporación de derivados de grafeno en las resinas acrílicas no está suficientemente optimizado, ya que los métodos existentes son complejos y requieren el uso de disolventes orgánicos o agua, lo que da lugar a dispersiones pobres de derivados de grafeno en la matriz polimérica, y además, se requiere aplicar ultrasonidos, calor o realizar una evaporación forzada.

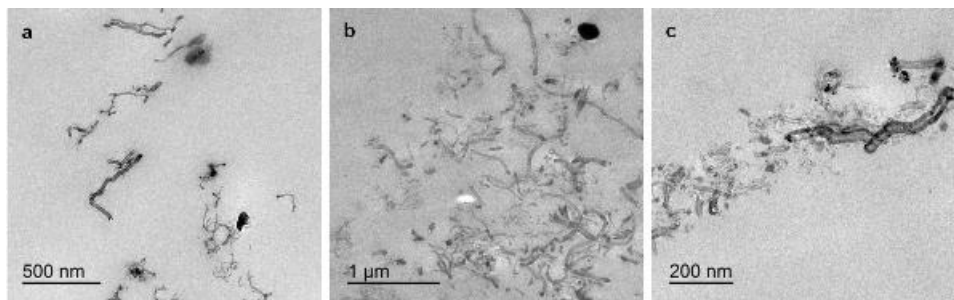
Para superar las limitaciones anteriormente descritas, se ha desarrollado un nuevo procedimiento para preparar resinas polimerizables con derivados de grafeno (nanoláminas o nanofibras de grafeno), empleando una técnica de polimerización in situ rápida que no requiere la utilización de disolventes orgánicos, ni agua, ni ultrasonidos, ni altas temperaturas, ni largos tiempos de reacción.

El procedimiento consta de las siguientes **etapas**:

1. Se mezclan los derivados de grafeno (nanoláminas o nanofibras) con el componente sólido de la resina polimerizable, y se homogeneiza la mezcla por doble centrifugación orbital.
2. Se adiciona el componente líquido de la resina al homogenizado anterior.
3. Se polimeriza la mezcla a temperatura ambiente y presión atmosférica, o bien aplicando presión y temperatura suave.

Las resinas polimerizables son resinas bicomponentes o monocomponentes que tienen consistencia sólida o semisólida. Algunos ejemplos son las resinas acrílicas, epoxi, de poliéster insaturado, de vinil éster, de poliuretano, poliimida, cianoacrilato, polibenzimidazol, poliarilsulfona, polifenilquinoxalina y derivados de siloxano.

La adición de hasta un 1% en peso de nanofibras de grafeno permite obtener una dispersión adecuada en el seno de la matriz acrílica.



*Imágenes de microscopía electrónica de transmisión (TEM) de una resina acrílica con distintos porcentajes de nanofibras de grafeno polimerizada*

La adición de una pequeña cantidad de nanoláminas de grafeno produce un considerable aumento en las propiedades mecánicas de la resina (incremento en el módulo elástico, en la tenacidad y en la resistencia mecánica).

Las resinas polimerizables preparadas siguiendo este procedimiento, presentan buena homogeneidad, ausencia de burbujas y un

bajo contenido de monómero residual. Además, sus propiedades mecánicas mejoran respecto a la resina que no contiene derivados de grafeno.

## TECHNOLOGY ADVANTAGES AND INNOVATIVE ASPECTS

### VENTAJAS DE LA TECNOLOGÍA

El proceso de incorporación de derivados de grafeno a resinas acrílicas aún no está optimizado, y los métodos actuales son complejos y presentan algunas limitaciones.

En este sentido, la presente invención permite obtener resinas polimerizables con derivados de grafeno (nanoláminas y nanofibras) empleando una técnica de polimerización in situ que:

- No requiere la utilización de disolventes orgánicos.
- No requiere la utilización de agua.
- No requiere la utilización de ultrasonidos.
- Se puede realizar en condiciones suaves de reacción (a temperatura ambiente y presión atmosférica), o a mayor presión y temperatura (hasta 65°C).
- El procedimiento es muy rápido (inferior a 1 hora).
- Se consigue una eficiente dispersión de los derivados de grafeno (nanoláminas o nanofibras) en la matriz polimérica.

### ASPECTOS INNOVADORES DE LA TECNOLOGÍA

Se ha desarrollado un nuevo procedimiento de polimerización in situ muy sencillo y rápido que permite obtener, en condiciones suaves de reacción y sin utilizar disolventes, buenas dispersiones de derivados de grafeno en matrices poliméricas.

## CURRENT STATE OF DEVELOPMENT

La tecnología se ha desarrollado a **escala de laboratorio**. Los experimentos y ensayos realizados confirman la fiabilidad, robustez y reproducibilidad del procedimiento descrito.

## MARKET APPLICATIONS

La presente invención se enmarca en el campo de la **Ciencia** y la **Química de los materiales**.

Las resinas acrílicas tienen aplicación en:

- 1) **Odontología**: en la fabricación de una gran variedad de prótesis dentales (bases de dentaduras, prótesis provisionales, prótesis soportadas sobre implantes, etc.), porque son insolubles en los fluidos orales, son fácilmente manipulables, tienen baja resistencia al desgaste y un coste bajo. Además, inhiben su contracción, minimizan la formación de grietas, y no presentan alteraciones de color, ni de olor.
- 2) **Medicina**: en cementos óseos para Traumatología.
- 3) **Adhesivos** termoestables y sellantes en el campo de la:
  - Automoción
  - Construcción
  - Ingeniería civil
  - Ingeniería espacial
  - Aeronáutica
  - Electrónica
  - Óptica
  - Otros

## COLLABORATION SOUGHT

Se buscan empresas interesadas en adquirir esta invención para su explotación comercial mediante:

- Acuerdos de licencia de la patente.
- Búsqueda de oportunidades de financiación para desarrollar nuevas aplicaciones, adaptarlo a las necesidades específicas de la empresa, etc.
- Acuerdos en materia de transferencia de tecnología y de conocimiento.
- Realizar informes técnicos y asesoría científica para empresas.
- Ofrecer formación específica a medida de las necesidades de la empresa.
- Servicios de normalización, calibración, elaboración de normas técnicas nacionales e internacionales, etc.
- Ofrecer apoyo tecnológico en aquellas técnicas que requieren una alta capacitación o instrumental sofisticado que no esté al alcance de la empresa solicitante.
- Intercambio de personal por períodos de tiempo definidos (para el aprendizaje de una técnica, etc.).
- Alquiler del equipamiento interno a los clientes que deseen llevar a cabo sus propios ensayos (infraestructura propia del Departamento de Química Inorgánica, o de los [Servicios Técnicos de Investigación \(SSTI\) de la Universidad de Alicante](#)).

#### INTELLECTUAL PROPERTY RIGHTS

La presente invención se encuentra protegida mediante **patente**:

- Título de la patente: "Procedimiento para la preparación de resinas polimerizables con derivados de grafeno"
- Número de solicitud: P201530933
- Fecha de solicitud: 29 de junio de 2015

#### MARKET APPLICATION (5)

Construcción y Arquitectura  
Juguete  
Materiales y Nanotecnología  
Medicina y Salud  
Tecnología Química