

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 809 733**

51 Int. Cl.:

<b>C01B 33/44</b>	(2006.01)
<b>C08K 3/34</b>	(2006.01)
<b>C08K 9/04</b>	(2006.01)
<b>C09C 1/42</b>	(2006.01)
<b>C08J 3/20</b>	(2006.01)
<b>C08K 5/19</b>	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.06.2017 PCT/EP2017/064945**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.12.2017 WO17220497**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.06.2017 E 17730803 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.06.2020 EP 3484819**

54 Título: **Un proceso de fabricación de espesantes y el uso de los espesantes así producidos en formulaciones de resina epoxi de alta viscosidad**

30 Prioridad:

**22.06.2016 EP 16175824**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**05.03.2021**

73 Titular/es:

**BYK-CHEMIE GMBH (50.0%)  
Abelstrasse 45  
46438 Wesel, DE y  
BYK USA INC. (50.0%)**

72 Inventor/es:

**DZIWOK, KLAUS;  
COUTELLE, HELMUT;  
BRIELL, ROBERT y  
NASH, TYLER**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 809 733 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Un proceso de fabricación de espesantes y el uso de los espesantes así producidos en formulaciones de resina epoxi de alta viscosidad

5 La presente invención se refiere a un proceso de fabricación de espesantes especializados y al uso de los espesantes producidos de este modo en formulaciones de resinas epoxi de alta viscosidad. La invención se refiere particularmente al uso de los espesantes producidos de este modo para modificar la reología de formulaciones no acuosas tales como formulaciones de resinas epoxi.

**Antecedentes tecnológicos**

10 En particular en el campo de los adhesivos, sellantes, agentes de revestimiento y compuestos de moldeo, así como fluidos de perforación de petróleo de base no acuosa y similares, es necesario personalizar las propiedades reológicas de dichos sistemas, principalmente ajustando la consistencia mediante la selección de agentes aglutinantes, disolventes y la concentración de pigmentos y/o materiales de relleno. Sin embargo, en muchos casos un ajuste a la consistencia deseada con la ayuda de los componentes anteriormente mencionados no resulta suficiente. En tales casos, se requiere la adición de los denominados aditivos de reología (es decir, aditivos reológicos). El efecto de esto  
15 puede ser la disminución de la viscosidad con el propósito de una mejor capacidad de procesado o el aumento de la viscosidad, que en la presente invención se denomina "espesamiento".

Se describen muchos espesantes orgánicos o inorgánicos diferentes para los fines citados.

20 Comúnmente utilizados en sistemas acuosos son éter de celulosa, almidón, hidrocoloides naturales, biopolímeros sintéticos, espesantes de poliacrilato, agentes espesantes asociativos basados en polímeros modificados hidrofóbicamente como poliéteres, uretanos de éter, poliacrilamidas y emulsiones de acrilato alcalino activado o espesantes inorgánicos aptos para hinchamiento en agua.

Los aditivos de reología típicos para sistemas no acuosos incluyen, además de espesantes orgánicos tales como ceras y resinas tixotrópicas, espesantes inorgánicos tales como, por ejemplo, óxido de magnesio e hidróxido de magnesio o sílice amorfa y silicatos en capas.

25 Entre los silicatos en capas, los materiales arcillosos a menudo se usan como espesantes; entre estos, los materiales de arcilla modificados orgánicamente (también conocidos como organoarcillas) se usan en la técnica. Las organoarcillas se usan ampliamente como espesantes, más específicamente tixotropos, para disolventes orgánicos o sistemas de revestimiento orgánicos tales como pinturas y barnices y también en composites. Típicamente, se usan en una cantidad aditiva, es decir, una cantidad de un 10 % en peso o menos para mejorar las propiedades de aplicación  
30 de los sistemas orgánicos líquidos. Dichas organoarcillas espesas que contienen sistemas orgánicos líquidos muestran un comportamiento tixotrópico o pseudoplástico. Esto mejora la estabilidad de almacenamiento de los sistemas orgánicos. Evita la mezcla y especialmente la sedimentación de pigmentos y materiales de relleno en el sistema durante el almacenamiento. Mantiene los sistemas orgánicos homogéneos.

35 Un propósito adicional para el que se usan las organoarcillas es aumentar la resistencia al corrimiento de los sistemas orgánicos líquidos. Típicamente, las pinturas que se aplican a superficies verticales tienden a avanzar en sentido descendente y causar la formación de gotas en el sustrato. Las pinturas solo se pueden aplicar con un cierto espesor de película limitado antes de que comiencen a avanzar en sentido descendente o gotear. Esto generalmente se llama "corrimiento". Las organoarcillas pueden reducir el corrimiento al aumentar la viscosidad del sistema. El aumento de viscosidad se puede considerar como una gelificación de los sistemas dentro de un marco de tiempo de segundos a  
40 minutos.

45 La forma en que las organoarcillas hacen esto se conoce principalmente como estructura de castillo de naipes. La organoarcilla está formada por minerales arcillosos en forma de plaquetas o estructuras pseudolaminares en forma de aguja. Se supone que las plaquetas de arcilla en reposo se orientan con una forma similar a un castillo de naipes. Este castillo de naipes tiene cierta estabilidad que proporciona las propiedades gelificantes y anti-corrimiento. Pero cuando se mueve durante la aplicación de la pintura, pulverización y similares, este castillo de naipes se rompe y solo se aprecia una baja viscosidad aparente durante la aplicación. Después de la aplicación, cuando no hay una fuerza externa intensa sobre el líquido, este castillo de naipes se recupera en cuestión de segundos a minutos y proporciona viscosidad en forma de gelificación a bajas fuerzas de cizalladura. Esto se puede medir por medio de un reómetro, especialmente cuando la viscosidad se controla a bajas fuerzas de cizalladura, es decir baja velocidad de la parte  
50 rotatoria del reómetro. Eso significa que las organoarcillas no aumentan demasiado la viscosidad aparente del sistema líquido durante la aplicación, sino que tiene lugar la formación de gel muy rápidamente después de la aplicación debido a la fuerte entrada de viscosidad a baja cizalladura.

55 Las organoarcillas típicamente están formadas por arcillas inorgánicas. Normalmente, la arcilla natural solo es escasamente compatible con disolventes. Típicamente es hidrófila y se suspende principalmente en agua, menos en la mayoría de los disolventes orgánicos. Por lo tanto, la superficie del mineral de arcilla se debe volver hidrófoba. Esto se realiza mediante un revestimiento orgánico de la superficie de la arcilla. Típicamente, el mineral de arcilla tiene carga aniónica. El método más común consiste en tratar la arcilla aniónica con tensioactivos catiónicos, en

concreto sales de amonio cuaternario. Típicamente, ambos eductos reaccionan en agua. El amonio cuaternario va a cargas aniónicas en la superficie de la arcilla y proporciona una fuerte unión a estas cargas. La superficie de la arcilla se vuelve hidrófoba en ese punto y la arcilla pierde solubilidad en agua. La arcilla modificada de este modo generalmente se puede suspender en disolventes orgánicos, pero menos en agua.

5 Los documentos WO-A-97/17398 y US 6.036.765 divulgan mezclas de arcillas que se trataron superficialmente con sales de alquilamonio cuaternario y que comprenden de aproximadamente un 50 a un 95 % en peso, en relación con la mezcla de arcilla en capas, de un mineral de arcilla seleccionado entre el grupo que consiste en sepiolita y/o paligorsquita y contienen menos de un 50 % en peso, en relación con la mezcla de arcilla en capas, de al menos una esmectita. Preferentemente, la esmectita o esmectitas se pueden seleccionar entre el grupo que consiste en hectorita, montmorillonita, bentonita, beidelita, saponita, estevensita y mezclas de las mismas. Ninguna de las dos publicaciones describe el uso de arcillas de hormita que tienen un contenido extremadamente bajo de óxidos metálicos específicos, en concreto, óxido de aluminio y/u óxido de hierro en la fabricación de los agentes de reología producidos en el mismo.

10 El documento US 8.389.447 B2 describe aditivos de organoarcilla para proporcionar fluidos de perforación de pozos petrolíferos con propiedades reológicas menos dependientes de la temperatura. Los aditivos divulgados en el presente documento se basan en una combinación sinérgica de una composición de organoarcilla de hectorita y una composición de organoarcilla de atapulgita. Cada una de las dos arcillas se trató con al menos dos sales de amonio cuaternario diferentes, una de las cuales tiene que ser una sal de amonio cuaternario alcoxilada antes de mezclar las arcillas tratadas de este modo.

15 El documento WO 2015/138407 A1 también describe mezclas de atapulgita organofílica modificada y preconformada y/o arcillas de sepiolita con arcilla de bentonita modificada organofílica preconformada para su uso en composiciones básicas de fluido de perforación basado en aceite. Sin embargo, en contraste con los documentos WO-A-97/17398 y US 6.036.765 la cantidad más preferida de la atapulgita/sepiolita modificada en la mezcla con la bentonita modificada es muy baja y está dentro del intervalo de aproximadamente un 10 % en peso, solo.

20 Los espesantes descritos en la técnica anterior parecen tener un rendimiento medio a bueno en los sistemas en los que se utilizaron. Sin embargo, todavía es necesario proporcionar un proceso mejorado de fabricación de espesantes. El uso de los espesantes producidos de este modo debería conducir a efectos espesantes muy fiables y en su mayoría significativamente mejorados, particularmente en sistemas de aplicación específicos tales como formulaciones de resina epoxi que se usan ampliamente, por ejemplo, en revestimientos, sellantes y adhesivos.

25 En la forma de almacenamiento de composiciones líquidas que contienen resina epoxi, los agentes de endurecimiento típicamente no están presentes. Típicamente, se mezclan uno o más agentes de endurecimiento se mezclan con o se incorporan a dichas composiciones líquidas solo poco antes de la aplicación para formar una formulación de uso inmediato. Después de mezclar el agente de endurecimiento con o dentro de las composiciones líquidas que contienen resina epoxi, se produce una reacción de curado entre la resina epoxi y el agente de endurecimiento. Esta reacción suele ser exotérmica, lo que tiene como resultado un aumento de la temperatura. El aumento inicial de temperatura normalmente va asociado a una disminución de la viscosidad de la formulación. Sin embargo, en una etapa posterior, cuando transcurre el curado, la viscosidad comienza a aumentar de nuevo, debido a la formación de moléculas más grandes que se generan en la reacción entre la resina epoxi y el agente de endurecimiento. Por lo tanto, la disminución inicial de la viscosidad después del comienzo de la reacción de la resina epoxi con su agente de endurecimiento exige un rendimiento extraordinariamente alto del espesante utilizado. De cualquier manera, se debe evitar que la disminución inicial de la viscosidad de la formulación de uso inmediato se traduzca en corrimiento no deseado y similares. En otras palabras, el aumento de la viscosidad al agregar el espesante a la forma de almacenamiento exenta de agente de endurecimiento ya debería ser excelente.

30 En resumen, el objetivo de los inventores de la presente invención era proporcionar un proceso mejorado de fabricación de espesantes y el uso de los espesantes producidos de este modo en la formulación de resina epoxi líquida. Un objetivo adicional de los inventores era proporcionar un proceso muy fiable para producir un aditivo de reología basado en organoarcilla con un rendimiento superior en comparación con los aditivos de organoarcilla estructuralmente relacionados que se conocen en el estado de la técnica.

### Sumario

35 Los objetivos anteriormente mencionados se lograron al proporcionar un proceso de fabricación de un aditivo mixto de reología de organoarcilla mineral, que comprende o consiste en una mezcla de arcilla mineral tratada con sales de alquilamonio cuaternario, caracterizándose el proceso por

- 40 i) formar una suspensión acuosa de arcilla de hormita (a)
- ii) formar una suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b)
- iii) combinar la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) con la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) para formar una suspensión combinada de arcilla (c)
- 55 iv) tratar la suspensión de arcilla combinada (c) con una o más sales de alquilamonio cuaternario y

v) opcionalmente separar la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario producida de este modo del medio acuoso,

en el cual

la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) está formada mediante

- 5 (i.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de hormita seleccionadas entre el grupo de sepiolitas y paligorsquitas en un medio acuoso para formar una dispersión, y en la que la fracción de arcilla de hormita empleada contiene menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ ,

y

- 10 la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) está formada mediante

(ii.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de esmectita en un medio acuoso para formar una dispersión,

y

en la el peso del contenido de arcilla de hormita supera el peso del contenido de arcilla de esmectita en la suspensión de arcilla combinada (c); y

- 15 sometiendo las dispersiones formadas en (i.1) e (ii.1) a cizalladura de fluido a alta velocidad antes de llevar a cabo la etapa iii. y/o después de haber realizado la etapa iii.

El proceso anterior de fabricación de un aditivo mixto de reología de organoarcilla mineral, que comprende o consiste en una mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario también se denomina en la presente memoria "proceso de acuerdo con la invención".

- 20 Un objeto adicional de la presente invención es el uso de al menos uno de los aditivos mixtos de organoarcilla mineral obtenidos por el proceso de acuerdo con la presente invención como espesante en composiciones líquidas, preferentemente composiciones líquidas no acuosas.

Los aditivos mixtos de reología de organoarcilla mineral producidos según la presente invención son particularmente apropiados para espesar composiciones líquidas que comprenden al menos una resina epoxi. También se confirmó  
25 que los aditivos producidos de este modo no solo son aptos para proporcionar una viscosidad superior con respecto a las formulaciones basadas en epoxi, sino también con respecto a otros sistemas preferentemente no acuosos como disolventes orgánicos, composiciones orgánicas líquidas exentas de resina epoxi tales como, por ejemplo, materiales de revestimiento, adhesivos y sellantes no basados en epoxi, así como fluidos organofílicos de perforación petróleo y/o gas o compuestos de moldeo termoplásticos y composites termoplásticos reforzados y similares. Por lo tanto,  
30 además de sus propiedades superiores en las composiciones de resina epoxi líquida espesante, los aditivos producidos de acuerdo con la presente invención también proporcionan un excelente efecto espesante a otras formulaciones orgánicas líquidas. El uso como espesante o más específicamente como agente tixotrópico en dichas formulaciones líquidas también es objeto de la presente invención.

### **Descripción detallada**

- 35 *Fabricación de los aditivos mixtos de reología de organoarcilla mineral de acuerdo con el proceso de la invención*

Un objeto principal de la presente invención es proporcionar un proceso de fabricación del aditivo mixto de organoarcilla mineral, que comprende o consiste en una mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario. El proceso se caracteriza por:

i) formar una suspensión acuosa de arcilla de hormita (a)

- 40 ii) formar una suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b)

iii) combinar la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) con la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) para formar una suspensión combinada de arcilla (c)

iv) tratar la suspensión de arcilla combinada (c) con una o más sales de alquilamonio cuaternario y

- 45 v) opcionalmente separar la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario producida de este modo del medio acuoso,

en el cual

la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) se forma por medio de

(i.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de hormita seleccionadas entre el grupo de sepiolitas y paligorsquitas en un medio acuoso para formar una dispersión, y en el que la fracción de arcilla de hormita empleada contiene menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ ,

5 y

la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) se forma por medio de

(ii.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de esmectita en un medio acuoso para formar una dispersión,

y

10 en que el peso del contenido de arcilla de hormita supera el peso del contenido de arcilla de esmectita en la suspensión de arcilla combinada (c); y

sometiendo las dispersiones formadas en (i.1) e (ii.1) a cizalladura de fluido a alta velocidad antes de llevar a cabo la etapa iii. y/o después de haber realizado la etapa iii.

15 En una primera realización del proceso general anterior de fabricación del aditivo mixto de organoarcilla mineral, que comprende o consiste en una mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario, se llevan a cabo las siguientes etapas:

i) formar una suspensión acuosa de arcilla de hormita (a)

ii) formar una suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b)

iii) combinar la suspensión acuosa de arcilla de hormita con la suspensión acuosa de arcilla de esmectita para formar una suspensión combinada de arcilla (c)

20 iv) tratar la suspensión de arcilla combinada (c) con una o más sales de alquilamonio cuaternario

v) opcionalmente separar la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario producida de este modo del medio acuoso,

en el que

la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) está formada mediante

25 (i.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de hormita seleccionadas entre el grupo de sepiolitas y paligorsquitas en un medio acuoso, preferentemente agua para formar una dispersión, y en el que la fracción de arcilla de hormita empleada contiene menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ ,

30 (i.2) opcionalmente tamizar la dispersión formada en (i.1) a través de un tamiz de malla metálica 100 para eliminar partículas gruesas, y

(i.3) someter la dispersión formada en (i.1) o (i.2) a cizalladura de fluido a alta velocidad; estando formada la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) se forma por medio de

(ii.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de esmectita en un medio acuoso, preferentemente agua para formar una dispersión,

35 (ii.2) tamizado opcional de la dispersión formada en (ii.1) a través de un tamiz de malla metálica 100 y/o centrifugación de la dispersión formada en (ii.1) o la dispersión tamizada a través de un tamiz de malla metálica 100 para eliminar partículas gruesas, y

(ii.3) someter la dispersión formada en (ii.1) o (ii.2) a cizalladura de fluido a alta velocidad;

y

40 en que el peso del contenido de arcilla de hormita supera el peso del contenido de arcilla de esmectita en la suspensión de arcilla combinada (c).

45 En las etapas de dispersión (i.1) e (ii.1) se logra la reducción de tamaño de partícula. Se prefiere particularmente producir distribuciones de tamaño de partícula tales que al menos un 90 % en peso, más preferentemente al menos un 95 % en peso de las partículas pasen a través de una malla metálica 100, basado en el peso total de la arcilla en la suspensión respectiva. Por ejemplo, esto se puede lograr de manera apropiada utilizando un dispositivo de disolución en las etapas de dispersión (i.1) e (ii.1), por ejemplo, un dispositivo de disolución de Cowles. La expresión "malla metálica" tal y como se usa en la presente memoria se emplea de acuerdo con el sistema de malla metálica

normalizado de los Estados Unidos. De acuerdo con el sistema de malla normalizado de Estados Unidos, un tamiz de malla metálica 100 tiene orificios de malla metálica de 149  $\mu\text{m}$ .

El uso de un tamiz de malla metálica 100 en las etapas de tamizado opcional (i.2) e (ii.2) se debe entender como el uso de "al menos un tamiz de malla metálica 100". Por supuesto, es posible incluso utilizar tamices de malla metálica con orificios de malla metálica más pequeños que 149  $\mu\text{m}$ . Sin embargo, un tamiz de malla metálica 100 es suficiente para evitar daños a los dispositivos utilizados para una reducción adicional del tamaño de partícula. Dado que las partículas que quedan en el tamiz generalmente se descartan, el uso de tamices más finos que una malla metálica 100 se puede traducir en una pérdida innecesaria de rendimiento.

Las etapas de dispersión (i.1) e (ii.1) se pueden llevar a cabo preferentemente como se muestra a continuación. En primer lugar, se prepara un triturado grueso de la respectiva fracción de arcilla bruta, que se puede lograr mediante cualquier medio convencional de machacado, pulverización o trituración. Las partículas del triturado grueso, preferentemente, pero no necesariamente, tienen tamaños menores de 5 mm, más preferentemente menores de 4 mm, como por ejemplo de 2 a 3 mm, lo que, si se desea, se puede garantizar por medio de tamizado a través de un tamiz con malla metálica apropiada. Posteriormente, el material de arcilla triturado grueso se agrega preferentemente a un medio acuoso, preferentemente agua, presentando el medio acuoso una temperatura preferida de aproximadamente 45 a aproximadamente 70  $^{\circ}\text{C}$ , aún más preferida de aproximadamente 50 a aproximadamente 65  $^{\circ}\text{C}$  y la más preferida de aproximadamente 55 a aproximadamente 60  $^{\circ}\text{C}$  para formar una suspensión de arcilla. El contenido de agua de dicha suspensión está típicamente dentro del intervalo de un 75 a un 98 % en peso, más preferentemente de un 85 a un 95 % en peso basado en el peso total de la suspensión. La suspensión resultante se agita preferentemente bajo alta cizalladura por medio de cualquier disolvente convencional, tal como por ejemplo un dispositivo de disolución de Cowles con álabes (es decir, un dispositivo de disolución de Cowles). El período de tiempo de agitación a alta cizalladura generalmente no es inferior a aproximadamente 30 minutos y varía preferentemente de 0,5 a 2 h. La suspensión resultante contiene partículas finas de arcilla y se puede diluir de forma adicional con agua, preferentemente agua tibia en el intervalo de temperatura anteriormente mencionado, antes de filtrar opcionalmente a través de tamiz de malla metálica 100. Dicha suspensión diluida adicional tiene un contenido de agua típicamente dentro del intervalo de un 90 a un 99 % en peso, más preferentemente de un 92 a un 97 % en peso basado en el peso total de la suspensión.

Aunque el tamaño de partícula de las arcillas de hormita y esmectita en la fracción de arcilla de hormita y la fracción de arcilla de esmectita, respectivamente, no sea particularmente crítico en esta etapa, es preferible eliminar las partículas gruesas que no atraviesan un tamiz de malla metálica 100, es decir, llevar a cabo las etapas (i.2) e (ii.2) - antes de someter la arcilla a cualquier etapa adicional de homogeneización, trituración y/o molienda y el tratamiento preceptivo con las sales de alquilamonio cuaternario. La realización de las etapas (i.2) e (ii.2) da lugar a dispersiones que no contienen partículas gruesas y que, por lo tanto, evitan el daño de los dispositivos utilizados para otras reducciones de tamaño de partícula tales como, por ejemplo, molinos, tales como un molino de Manton-Gaulin. Para facilitar las etapas (i.2.) e (ii.2) el tamizado, es decir, el cribado se puede llevar a cabo utilizando tamiz vibratorio.

En caso de llevar a cabo las etapas (i.2) e (ii.2), las partículas de arcilla fina producidas de este modo tienen distribuciones de tamaño de partícula tales que al menos un 90 % en peso, más preferentemente al menos un 95 % en peso del peso total de la arcilla tratada con el disolvente pasa a través del tamiz de malla metálica 100. La arena retenida en el tamiz preferentemente no debe exceder un 10 % en peso, más preferentemente no debe exceder un 5 % en peso basado en el peso total de la arcilla tratada con disolvente. La arena se descarta y únicamente se utiliza la fracción de arcilla tamizada en malla metálica 100 de grano fino para un tratamiento adicional. En la mayoría de los casos, la cantidad de arena es inferior a un 5 % en peso, principalmente incluso inferior a un 3 en peso en función del peso total de la arcilla tratada con disolvente.

Los inventores de la presente invención han llevado a cabo análisis de la arena de varias fracciones de arcilla de hormita (es decir, la parte que no atraviesa el tamiz de malla metálica 100) y descubrieron que los contenidos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de la arena junto con la baja cantidad de arena no influyen significativamente en el contenido de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de la fracción de arcilla de hormita que atraviesa el tamiz de malla metálica 100. Con otras palabras, los contenidos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de la fracción de arcilla de hormita que atraviesa el tamiz de malla metálica 100 no difieren significativamente de los contenidos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de la fracción de arcilla de hormita bruta tal y como se extrae y se seca a 105  $^{\circ}\text{C}$  hasta peso constante como se ha descrito con anterioridad.

Aunque sea suficiente para la presente invención que los contenidos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de la fracción de arcilla de hormita bruta tal y como se extrae y se seca estén dentro de los rangos requeridos por la presente invención, lo más preferido es que los contenidos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de la fracción de arcilla de hormita que atraviesa el tamiz de malla metálica 100 después de haber sido tratado como se ha indicado anteriormente también estén dentro de los mismos rangos. Los contenidos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  de la fracción de arcilla de hormita que atraviesa el tamiz de malla metálica 100 se pueden determinar de la misma manera que se describe para la arcilla de hormita bruta tal y como se extrae, con la única diferencia de que la suspensión tamizada se seca a peso constante a una temperatura de 105  $^{\circ}\text{C}$  antes de someter la arcilla a extracción química mediante ácido fluorhídrico y ácido clorhídrico.

En particular, en el caso de la fracción de arcilla de esmectita, se puede emplear una etapa adicional de centrifugación opcional de la suspensión de arcilla que atraviesa el tamiz de malla metálica 100 como parte de la etapa (ii.2) para

reducir aún más la cantidad de partículas grandes en dicha suspensión separando y descartando las partículas grandes.

5 La reducción adicional del tamaño de las partículas de arcilla en las suspensiones de arcilla que opcionalmente atraviesan el tamiz de malla metálica 100 y/o se someten a cualquier etapa(s) opcional(es) de centrifugación se realiza en un proceso de cizalladura de fluido a alta velocidad (etapas (i.3) e (ii.3)). Dicha reducción de tamaño adicional se consigue preferentemente sometiendo las suspensiones de arcilla a cizalladura de fluido a alta velocidad como se describe, por ejemplo, en el documento EP 0 220 346 A1.

10 La cizalladura de fluido a alta velocidad, a la que están sometidas las suspensiones de arcilla de hormita y esmectita que atraviesan el tamiz de malla metálica 100, se efectúa preferentemente haciendo pasar las suspensiones aptas para bombeo a través de un molino de dispersión o coloidal, dispositivos a los que a menudo se hace referencia en la técnica como "homogeneizadores". La "capacidad de bombeo" se puede garantizar diluyendo adicionalmente las dispersiones con un medio acuoso, preferentemente el medio acuoso que se usa en las etapas (i.1.) e (ii.1), y lo más preferentemente agua. Los molinos de dispersión y coloidales son bien conocidos en la técnica, y se comentan y caracterizan sucintamente en las páginas 842 y 843 de "Chemical Engineers Handbook", editado por R. H. Perry y C. H. Chilton, 5ª edición, 1973, McGraw Hill Book Company (Nueva York). Como se señala en este trabajo de referencia convencional, este tipo de dispositivo constituye una clase especial de molinos normalmente empleados para operaciones de dispersión y coloidales. Dichos molinos funcionan según un principio de cizalladura de fluido a alta velocidad. Los molinos preferidos para su uso en la invención se caracterizan por incluir o definir una separación estrecha a través de la cual se mantiene un diferencial de presión y a través de la cual, de acuerdo con la invención, se hacen pasar las suspensiones aptas para bombeo.

15 Preferentemente, la cizalladura de fluido a alta velocidad requerida en las etapas (i.3) e (ii.3) se lleva a cabo haciendo pasar las suspensiones a alta velocidad a través de una separación estrecha, a través del cual se mantiene un diferencial de alta presión. Este tipo de acción, por ejemplo, se puede llevar a cabo en el conocido molino de Manton-Gaulin, cuyo dispositivo a veces se denomina "homogeneizador de Gaulin" o "molino MG". En el funcionamiento básico de dicho dispositivo, se proporciona una bomba de pistón de desplazamiento positivo alternativo con un conjunto de válvula de homogeneización que se fija a la descarga de la bomba. La suspensión que aún no completamente homogeneizada penetra en el área de la válvula a alta presión y baja velocidad. A medida que pasa a través de un orificio estrecho en la válvula (que es un área de espacio libre próximo entre la válvula y el asiento de válvula), su velocidad aumenta a niveles próximos a la velocidad del sonido. Esto proporciona fuerzas de cizalladura elevadas para la reducción, y en dicho dispositivo, estas fuerzas se implementan adicionalmente a medida que esta corriente de alta velocidad golpea un anillo de impacto donde tiene lugar el cambio de su dirección. De mayor interés a este respecto, es la patente de Estados Unidos N.º 3.348.778, de M. I. Chin y col., que divulga el uso de una configuración de tipo Manton-Gaulin para el tratamiento de arcillas de caolín con el fin de mejorar la reología de un sistema acuoso de arcilla formado posteriormente a partir del mismo. Para los propósitos actuales, la patente tiene interés en divulgar ciertas configuraciones útiles para dicho molino, y detalles adicionales de la construcción del mismo. La patente también comenta la separación provista en los molinos del tipo divulgado, y aprecia adecuadamente que dicha separación es únicamente del orden de 25 µm a 125 µm, pero en determinadas condiciones puede ser tan grande como 2,5 mm.

20 En aquellos casos en los que se utiliza una configuración de separación, como en el molino de Manton-Gaulin, dicho diferencial de presión a través de la separación está preferentemente dentro del rango de 7.000 kPa a 56.000 kPa, siendo de 14.000 a 35.000 kPa la que se usa de forma más típica. Dependiendo de las especificidades del equipo, se pueden usar fácilmente presiones superiores a 56.000 kPa.

25 Dichas suspensiones incluirán típicamente más de un 85 % en peso de agua, más preferentemente más de un 90 % en peso de agua e incluso más preferentemente más de un 92 % en peso de agua tal como de un 92 a un 97 o un 98 % en peso de agua, basado en el peso total de la suspensión. Sin embargo, el contenido de sólidos puede variar y estar por encima del nivel indicado, si están presentes agentes dispersantes apropiados. Sin embargo, normalmente no se prefiere el uso de agentes dispersantes. El requisito principal es que la suspensión sea apta para bombeo, de modo que se pueda someter a la cizalladura de fluido a alta velocidad comentada con anterioridad. Además del paso a través de la separación estrecha, tal como en el molino de Manton-Gaulin del tipo anteriormente mencionado, la cizalladura de fluido a alta velocidad también se puede efectuar, de acuerdo con la invención, mediante el uso de molinos coloidales y de dispersión basados en un estator y un rotor con separación estrecha, en el que se mantiene una rotación a velocidad elevada entre los dos elementos mencionados. La suspensión en este caso se somete a cizalladura de fluido a alta velocidad haciéndola pasar a través de la separación existente entre el estator y el rotor. El molino de Greer bien conocido es un ejemplo de este tipo de construcción, y se puede utilizar como un instrumento en la práctica de la invención. En dicho molino de Greer, la separación estrecha viene definida por un estator estacionario y un rotor que gira dentro del estator que lo rodea en sentido vertical. La suspensión a tratar de acuerdo con la invención se hace pasar a través de esa separación bajo presión.

30 Otros instrumentos útiles para llevar a cabo la cizalladura de fluido a alta velocidad se comentan en la referencia mencionada anteriormente de Perry y Chilton.

5 El paso de la lechada de arcilla a través de una separación estrecha presurizada de acuerdo con las etapas (i.3) e (ii.3) de la invención produce resultados que difieren fundamentalmente de lo que ocurre cuando solo se usan los álabes convencionales o las mezcladoras de tipo disco tal como una licuadora de Waring o un dispositivo de disolución de Cowles. Esto se puede apreciar comparando los mecanismos de cizalladura impuestos a un fluido en un dispositivo de disolución de alta velocidad de Cowles, como se puede usar en las etapas de dispersión (i.1) e (ii.1) del proceso de la presente invención, con los impuestos por el molino de Manton-Gaulin, como se puede usar en las etapas (i.3) e (ii.3) del proceso de acuerdo con la presente invención.

10 En el dispositivo de disolución de alta velocidad de Cowles, la cizalla se impone sobre el fluido por medio de la acción de aplastamiento de los álabes (energía mecánica) y la fricción que provoca el flujo laminar. De los dos, el mecanismo de fricción es el más importante, y la eficacia de la dispersión viene determinada por la configuración del diseño de agitación (revoluciones por minuto, tamaño del álabe, tamaño y forma del recipiente). El flujo turbulento en remolino crea una mezcla eficaz, pero lo más importante es que los huecos entremezclados quedan sin dispersar. Por el contrario, el patrón de flujo laminar puede fallar a la hora de proporcionar una mezcla eficaz, pero el arrastre de las capas unas sobre otras desgarrar cualquier asociación de partículas y se obtiene una dispersión eficaz. Además, 15 cuanto más viscoso sea el fluido, más eficaz es el desgarrar y mayor es la eficacia del dispositivo de disolución de Cowles al aumentar de la viscosidad.

20 En contraste, el molino de Manton-Gaulin permite que el producto penetre en una válvula de expansión a una presión muy alta y baja velocidad. A medida que el producto penetra en el área de espacio libre próximo entre la válvula y el asiento de válvula, se produce un rápido aumento de la velocidad del orden de 300 m/segundo con una disminución correspondiente de la presión derivada del efecto Bernoulli. Esto permite la formación de burbujas que implosionan con energía extrema a medida que la velocidad del producto disminuye al abandonar el área del asiento de la válvula. Esto favorece la creación de ondas de choque que inducen cizalladura por colisión; este proceso se conoce como cavitación. Al contrario que el comportamiento del aparato de Cowles, la eficacia del molino de Manton-Gaulin disminuye al aumentar la viscosidad derivada de la rápida disipación de las ondas de corte.

25 Se puede apreciar que la tensión de cizalladura en un dispositivo de disolución de Cowles típico es de aproximadamente 201 Pa (013 dinas/cm<sup>2</sup>). Esto supone una densidad de fluido de 1,0 g/cm<sup>3</sup> y una velocidad circular de álabe de borde de aproximadamente 2000 cm/segundo para un dispositivo de disolución con un álabe de 10,2 cm (4 pulgadas).

30 Aunque el molino de Manton-Gaulin no emplea flujo laminar como mecanismo de cizalladura, suponiendo que un modelo laminar puede proporcionar un ligado superior con respecto a la velocidad de cizalladura y las tensiones de cizalladura encontrados en cavitación. Debido a la presión extrema puede surgir cizalladura del orden de magnitud de tensión laminar.

35 Suponiendo esto y una distancia razonable entre la válvula y el asiento de la válvula (100 μm), las especificaciones del fabricante pueden estimar una tasa de cizalladura de aproximadamente 2.9 x 10<sup>6</sup> segundo<sup>-1</sup>. A continuación, se puede demostrar que la tensión de cizalladura es de 8,8 x 10<sup>3</sup> Nm<sup>-1</sup> (8,8 x 10<sup>7</sup> dinas cm<sup>-1</sup>).

De lo anterior se puede concluir que existen al menos las siguientes diferencias entre un dispositivo de disolución de Cowles y un dispositivo de Manton-Gaulin:

- 40 1. El molino de Manton-Gaulin funciona según el principio de cavitación que implica velocidades de partícula extremadamente elevadas y flujo turbulento. El aparato de Cowles funciona a tasas de cizalladura bajas con una dispersión eficaz que surge del flujo laminar.
2. La eficacia del dispersador de Cowles aumenta al aumentar la viscosidad; la del aparato de Gaulin disminuye.
3. Las partículas de arcilla en suspensión experimentan tensiones y tasas de cizalladura mucho más elevadas en el aparato de Gaulin, aunque no sean susceptibles de cálculo directo.

45 El uso de cizalladura de fluido a alta velocidad en la presente invención no solo es importante para proporcionar los beneficios de la esmectita (etapa ii.3) que se comentan en las patentes anteriores; sino, además, en los casos de sepiolita y/o paligorsquita (etapa i.3), dicho cizalladura de fluido a alta velocidad actúa para "desenredar" el tipo de estructuras "enredadas" que existen en estos últimos minerales. La arcilla de hormita existe en forma de estructura de tipo aguja, de manera que la aguja única forma un fieltro de aguja. El término "desenredado" en el presente contexto significa individualizar agujas individuales a partir del del fieltro de aguja.

50 En la etapa iii. del proceso de acuerdo con la presente invención, las suspensiones de arcilla preparadas en las etapas i. y ii. se combinan. Antes de combinar las suspensiones, su contenido de arcilla se determina secando 10 g de cada suspensión a 130 °C durante 90 minutos, seguido de enfriamiento a temperatura ambiente. Las cantidades de las pastas formadas en las etapas i. y ii., que se deben combinar en la etapa iii., dependen de la proporción deseada de arcilla de hormita y arcilla de esmectita en la suspensión de arcilla combinada resultante (c). El requisito mínimo es 55 que el contenido de arcilla de hormita exceda el contenido de arcilla de esmectita en la suspensión de arcilla combinada (c).

5 La etapa iv. del proceso de acuerdo con la presente invención, es decir, el tratamiento de la suspensión de arcilla combinada (c) con una o más sales de alquilamonio cuaternario se lleva a cabo preferentemente a temperaturas que exceden la temperatura ambiente (es decir, 25 °C). Un intervalo de temperatura preferido es de 40 °C a la temperatura de ebullición de la suspensión a presión estándar, más preferentemente de 40 a 80 °C, aún más preferentemente de 50 a 70 °C, tal como, por ejemplo, 60 °C.

Preferentemente, la una o más sales de alquilamonio cuaternario se añaden a la suspensión de arcilla combinada (c) bajo agitación de la suspensión de arcilla combinada (c), como, por ejemplo, agitación de la suspensión.

10 La cantidad de una o más sales de alquilamonio cuaternario en relación con 100 g de arcilla en la suspensión de arcilla combinada (c) típicamente varía de 5 mmol a 80 mmol, preferentemente de 20 a 65 mmol, y más preferentemente de 30 a 55 mmol. Cuando se pretende usar el aditivo de organoarcilla mineral mixto en aplicaciones de alta temperatura, se prefiere un intervalo de 5 a 50 mmol, e incluso se prefiere más de 10 a 35 mmol de la sal de alquilamonio cuaternario por cada 100 g de la mezcla de arcilla. Para muchas otras aplicaciones tixotrópicas, se usa un intervalo de aproximadamente 25 a 80 mmol, y preferentemente de 35 a 65 mmol, de la sal de alquilamonio cuaternario por cada 100 g de la mezcla de arcilla.

15 Preferentemente, la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario producida de este modo y formada en la etapa iv. se separa del medio acuoso como se describe en la etapa v. La separación se puede lograr por todos los medios convencionales que se usan típicamente para separar un material insoluble de la fase líquida circundante tal como, por ejemplo, filtración, centrifugación, etc. Lo más preferido es que la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario se filtre, preferentemente sobre un soporte aplicando vacío.  
 20 Preferentemente, el producto de organoarcilla mineral mixto resultante se seca, lo que se hace del modo más preferido a temperatura elevada tal como, por ejemplo, a una temperatura dentro del intervalo de 40 a 80 °C, más preferentemente de 50 a 70 °C, tal como 60 °C. Las cantidades residuales típicas aceptables de humedad contenida en la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario resultante son inferiores a un 10 en peso, preferentemente inferiores a un 8 % en peso, aún más preferentemente por debajo de un 6 % en peso y lo más  
 25 preferentemente por debajo de un 4 % en peso, basado en el peso total de la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario y típicamente varía de un 1 o un 2 % en peso a un 6 % en peso basado en el peso total de la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario.

Si lo desea, para una mejora manipulación, se puede reducir el tamaño de las partículas de la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de amonio cuaternario por medio de trituración, molienda o similares.

30 La segunda realización del proceso general anterior de fabricación del aditivo mixto de organoarcilla mineral de la presente invención difiere de la primera realización, en que se omiten las etapas (i.3) e (ii.3) y se sigue la etapa (iii.) sometiendo la suspensión de arcilla combinada (c) a cizalladura de fluido a alta velocidad antes de tratar la suspensión de arcilla combinada (c) con una o más sales de alquilamonio cuaternario en la etapa (iv.). Las condiciones de cizalladura de fluido a alta velocidad son las mismas que las descritas con anterioridad.

35 Todas las etapas de proceso anteriormente mencionadas se pueden transferir a una producción a escala industrial. La producción a escala industrial requiere la adaptación de los dispositivos de procesamiento utilizados. Por ejemplo, para fines de secado y molienda, entre otros, los siguientes métodos generales resultan apropiados para su uso en producción a escala industrial del aditivo mixto de organoarcilla mineral producido de acuerdo con el proceso de la presente invención: molienda en seco, secado instantáneo, secado en lecho fluido, secado a vacío, secado por molino  
 40 de chorro, secado por tambor y secado en cámara. En algunos de los procesos de secado anteriormente mencionados, se incluye una etapa de molienda integrada, por ejemplo, secado por pulverización. Si se utiliza un proceso de secado, que no tiene un proceso de molienda integrado, se debe realizar una etapa de molienda adicional, por ejemplo, mediante el uso de un molino clasificador neumático. Las temperaturas de secado se pueden ajustar individualmente para lograr el contenido de agua requerido. Los procedimientos de filtración normalmente se llevan a cabo en prensas  
 45 filtrantes. La fabricación de la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) y la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) se lleva a cabo preferentemente a temperatura ambiente, mientras que el tratamiento de la suspensión combinada de arcilla (c) con una o más sales de alquilamonio cuaternario se lleva a cabo preferentemente a temperaturas superiores a temperatura ambiente. Un intervalo de temperatura preferido es de 40 °C a la temperatura de ebullición de la suspensión a presión estándar, más preferentemente de 40 a 80 °C, incluso más preferentemente  
 50 de 50 a 70 °C, tal como por ejemplo 60 °C.

*Los aditivos mixtos de reología de organoarcilla mineral preparados según el proceso de la presente invención*

Aunque las organoarcillas típicas están formadas por un tipo de partículas de arcilla, por ejemplo, bentonita o hectorita, los aditivos mixtos de reología de organoarcilla mineral de acuerdo con la presente invención son diferentes. Por  
 55 diseño, están formados por varios materiales de arcilla. Están formados por diferentes arcillas con partículas de forma diferente. Las arcillas de forma diferentes normalmente se extraen y purifican por separado. Al menos en la etapa de conversión de las superficies en hidrófobas, se rellenan de forma conjunta en un recipiente de reacción.

La forma única de estos minerales mixtos contribuye a su rendimiento único. Debido a una mezcla de arcillas en forma de plaquetas, cinta y/o tubo, las partículas del producto no se pueden apilar en paralelo y de forma tan densa como

las organoarcillas convencionales con forma de plaquetas uniformes. Las diversas partículas no están tan cerca unas de otras. Traducido a las propiedades de aplicación, esto significa que las partículas en los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta se pueden separar entre sí más fácilmente que las partículas de las organoarcillas convencionales. Esto proporciona una dispersión más rápida y sencilla, incluso más sencilla que las organoarcillas convencionales fácilmente dispersables.

La estructura microscópica se puede apreciar a escala macroscópica y exhibe una menor densidad aparente en comparación con las organoarcillas convencionales. Pero en comparación con sílice pirógena, la densidad sigue siendo mucho mayor. Incluso para los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta que proporcionan un rendimiento similar a sílice pirógena, resultan más fáciles de manipulación debido a su mayor densidad. Los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta dan lugar a menor formación de polvo y necesitan menos espacio en bolsas y depósitos.

Además de las propiedades excepcionales mencionadas anteriormente de los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta "convencionales", los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta producidos por medio del proceso de acuerdo con la presente invención proporcionan un efecto espesante aún mayor y en particular un mayor efecto tixotrópico, en comparación con los "convencionales". Esto es particularmente cierto para la selección de las arcillas de hormita específicas utilizadas en el proceso de fabricación de los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta. Las arcillas de hormita utilizadas en la presente memoria presentan un contenido reducido de aluminio y hierro, expresado como contenidos de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , respectivamente, como se describe con más detalle a continuación.

También un objeto de la presente invención es el aditivo de organoarcilla mineral mixta que comprende o consiste en la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario.

#### *Arcillas de hormita tal y como se usan en el proceso de acuerdo con la presente invención*

Las arcillas de hormita pertenecen al grupo de los filosilicatos. La arcilla o arcillas de hormita que se usan en la fabricación de aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta de la presente invención son sepiolitas y/o paligorsquitas (también conocidas como atapulgitas).

De las dos arcillas de hormita mencionadas, se prefiere sepiolita para su uso en la invención. Tanto sepiolita como paligorsquita contienen una lámina de composición tetraédrica continua bidimensional, pero difieren los otros silicatos en forma de capas en la ausencia de láminas octaédricas continuas. Se pueden encontrar más detalles de las estructuras de estos minerales, incluidas las distinciones estructurales entre las dos estructuras idealizadas de sepiolita y paligorsquita, en "Developments in Palygorskite-Sepiolite", Galán y Singer, Elsevier, 2011.

Ambas arcillas de hormita tienen una estructura ideal muy similar. En la naturaleza, sepiolita y paligorsquita difieren de la estructura ideal, pero se pueden caracterizar fácilmente como tales. Según la bibliografía reciente, no existe una brecha en cuanto a composición entre sepiolita y paligorsquita pero, por el contrario, existe una serie continua de minerales entre las estructuras ideales (Galán y Singer, " Developments in Palygorskite-Sepiolite ", Elsevier, 2011, páginas 49-51, en particular la Figura 8 de la página 51).

Las sepiolitas y las paligorsquitas tal y como se emplean en la presente memoria son materiales de arcilla bruta que se pueden extraer en el mismo sitio de extracción o en diferentes sitios de extracción en todo el mundo. Dicho material inevitablemente contiene algunas impurezas como cuarzo o dolomita. Debe entenderse que los términos "sepiolita" y "paligorsquita", tal como se usan en la presente memoria, hacen referencia a materias primas que contienen preferentemente al menos un 90 % en peso, más preferentemente al menos un 95 % en peso e incluso más preferentemente al menos un 97 % en peso y de la mejor manera al menos un 99 % en peso de la morfología de arcilla de hormita respectiva en la materia prima. En la mineralogía, los patrones de difracción de rayos X en forma de polvo son una herramienta típica para detectar impurezas cristalinas en sepiolitas y paligorsquitas por la presencia del reflejo característico de estas impurezas en los patrones de difracción de rayos X en forma de polvo. Por lo tanto, las impurezas de cuarzo, cristobalita, calcita, dolomita, etc. se pueden detectar fácilmente ya que muestran un reflejo característico en los patrones de difracción de rayos X en forma de polvo a diferentes valores de  $2\theta$  con respecto a las muestras de sepiolitas y paligorsquita.

En el libro científico mencionado anteriormente de Galán y Singer se describe que las sepiolitas y las paligorsquitas naturales siempre contienen cantidades variables de aluminio y hierro en sus estructuras. En particular, el aluminio y el hierro pueden sustituir a magnesio y/o a silicio en las respectivas estructuras idealizadas de sepiolitas y paligorsquitas. El contenido de esos metales normalmente se expresa en mineralogía en forma de óxidos, es decir, como óxido de aluminio  $Al_2O_3$  y óxido de hierro  $Fe_2O_3$ , respectivamente.

El contenido de óxido de aluminio de las sepiolitas puede ser tan elevado como aproximadamente un 8,9 % en peso y para paligorsquita, se observan contenidos de  $Al_2O_3$  incluso más elevados que varían de un 24,4 % en peso, como se menciona en Galán y Singer, " Developments in Palygorskite-Sepiolite ", Elsevier, 2011.

El contenido de  $Fe_2O_3$  puede ser tan alto como un 20 % en peso en sepiolitas del Medio Atlas de Marruecos y Tirol y para paligorsquita de hasta un 14,8 % en peso, como se menciona en Galán y Singer, " Developments in Palygorskite-

Sepiolite ", Elsevier, 2011.

Los inventores actuales descubrieron por primera vez que el contenido de  $Al_2O_3$  y/o  $Fe_2O_3$  en las sepiolitas y paligorsquitas que se extraen, afecta en gran medida al comportamiento reológico de la organoarcilla mineral mixta fabricada de acuerdo con la presente invención. El impacto de dicha selección de materiales de partida para su uso en el proceso de la presente invención no se sugiere en ninguna parte de la técnica.

El contenido de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  se determina mediante espectrometría de emisión óptica de plasma con acoplamiento inductivo (ICP-OES) como se explica con detalle en la sección experimental de la presente invención.

Como cuestión de principio, el contenido de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  en las arcillas de hormita debe ser lo más bajo posible, idealmente un 0 % en peso, basado en el peso total de la fracción de arcilla de hormita. Sin embargo, en las arcillas naturales brutas, difícilmente se encuentra un valor de un 0 % en peso o un 0,1 % en peso, basado en el peso total de la fracción de arcilla de hormita. Por lo tanto, un valor inferior lo más preferido y más común podría ser de un 0,15 % en peso o un 0,2 % en peso de  $Fe_2O_3$ , basado en el peso total de la fracción de arcilla de hormita, y un 0,2 % en peso o un 0,5 % en peso de  $Al_2O_3$ , basado en el peso total de la fracción de arcilla de hormita; y un 0,35 % en peso o un 0,5 % en peso para la cantidad combinada de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , basado en el peso total de la fracción de arcilla de hormita. Como límites superiores deberían observarse menos de un 3 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1 % en peso de  $Fe_2O_3$  y menos de un 3,5 % en peso de cantidad combinada de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , basado en el peso total de la fracción de una o más arcillas de hormita (i).

Cantidades particularmente preferidas de  $Al_2O_3$  son un 2,6 % en peso y menos o incluso más preferentemente un 2,0 % en peso y menos, en base al peso total de la fracción de una o más arcillas de hormita (i).

Cantidades particularmente preferidas de  $Fe_2O_3$  son un 0,7 % en peso y menos o incluso más preferentemente un 0,6 % en peso y menos, basado en el peso total de la fracción de una o más arcillas de hormita (i).

Cantidades particularmente preferidas de la cantidad combinada de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  son un 3,3 % en peso y menos y aún más preferentemente un 2,6 % en peso y menos, en base al peso total de la fracción de una o más arcillas de hormita (i).

Como se usa en el presente documento, la expresión "fracción de una o más arcillas de hormita" es equivalente a la expresión "fracción de arcilla de hormita que contiene o consiste en una o más arcillas de hormita". Por lo tanto, esta fracción de una o más arcillas de hormita es distinta de una "fracción de una o más arcillas de esmectita", es decir, una "fracción de arcilla de esmectita que contiene o consiste en una o más arcillas de esmectita".

La expresión "una o más arcillas de hormita" debe entenderse en un sentido amplio e incluye la posible presencia de diferentes tipos de arcilla de hormita, es decir, la presencia de sepiolita y paligorsquita, pero también incluye la posible presencia de diferentes lotes de un tipo de arcilla, por ejemplo, diferentes lotes de arcilla de sepiolita o diferentes lotes de arcilla de paligorsquita o mezclas de las mismas. Lo mismo se aplica a la expresión "una o más arcillas de esmectita".

La expresión "lotes diferentes", como se usa en la presente memoria, abarca la posibilidad de que esos lotes sean de diferentes sitios de minería o diferentes lugares de trabajo minero dentro de un sitio de minería.

Si diferentes lotes de arcilla de hormita se encuentran presentes en la fracción de arcilla de hormita, lo más preferido es que cada lote de arcilla de hormita presente en la fracción de arcilla de hormita cumpla con el requisito de contener menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ . Sin embargo, también es posible que uno o más lotes de arcilla de hormita presentes en la fracción de arcilla de hormita estén fuera de este requisito, es decir, contengan igual o más de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$  y/o igual o más de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$  y/o igual o más de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , siempre que la fracción de arcilla de hormita en su conjunto cumpla el requisito de contener menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ .

En caso de que haya diferentes lotes de arcilla de hormita presentes en la fracción de una o más arcillas de hormita y uno o más de esos lotes contenga igual o más de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$  y/o igual o más de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$  y/o igual o más de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , dichos lotes deben contener preferentemente menos de un 5,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 2,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 6,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , incluso más preferentemente dichos lotes deberían contener menos de un 4,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,5 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 5,0 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , y los lotes más preferidos deben contener menos de un 3,5 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,2 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 4,0 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ .

En caso de que diferentes lotes de arcilla de hormita estén presentes en la fracción de una o más arcillas de hormita y uno o más de esos lotes se encuentre fuera del requisito de que la fracción de arcilla de hormita contenga menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , como se indica en el párrafo anterior, se prefiere que uno o más lotes de arcilla de hormita que

5 cumplan el requisito de contener menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  están presentes en la fracción de arcilla de hormita con un contenido mínimo de al menos un 25 % en peso, más preferentemente al menos un 30 en peso, aún más preferentemente al menos un 35 % en peso, aún más preferentemente al menos un 40 % en peso, aún más preferentemente al menos un 50 % en peso, aún más preferentemente al menos un 60 % en peso, aún más preferentemente al menos un 75 % en peso y más preferentemente al menos un 80 % en peso, basado en el peso total de la fracción de arcilla de hormita.

10 Si, por ejemplo, existe la necesidad de un efecto espesante excepcionalmente bueno en una aplicación específica, podría ser necesario usar solo lotes de arcilla de hormita dentro del intervalos requerido para que la fracción de arcilla de hormita contenga menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  o al menos usar una gran cantidad de dichos lotes, en función del peso total de la fracción de arcilla de hormita. En caso de que no todos los lotes de arcilla de hormita cumplan con el requisito establecido para la fracción completa de arcilla de hormita, para mejorar aún más la calidad de espesamiento del aditivo, se debe tener en cuenta el uso exclusivo de dichos lotes fuera del conjunto de requisitos aplicables a la fracción completa de arcilla de hormita, que están cerca del requisito para la fracción completa de arcilla de hormita, es decir, aquellos que estén ligeramente fuera de este requisito.

15 Típicamente, una muestra de la(s) fracción(es) de arcilla de hormita que se utiliza en la formación de una suspensión acuosa de arcilla de hormita (a), se somete a ensayo como se describe en la presente invención. Sobre la base del resultado del ensayo, los materiales de arcilla de hormita que cumplen los requisitos anteriores se usan en el proceso de fabricación de acuerdo con la invención.

#### *Determinación del contenido de $Al_2O_3$ y $Fe_2O_3$ de la fracción de arcilla de hormita*

20 Con el fin de determinar el contenido de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$  de la fracción de arcilla de hormita, en el contexto de la presente invención, la fracción de arcilla de hormita bruta tal y como se extrae preferentemente es granulada, lo más preferentemente partículas de arcilla que tienen tamaños de partícula de aproximadamente 2 a 3 mm. Esto se puede mediante trituración, pulverización o molienda de la arcilla bruta tal y como se extrae. Esas partículas se secan durante aproximadamente 2-3 horas a 105 °C hasta peso constante antes de ser sometidas a extracción química por medio de ácido fluorhídrico y ácido clorhídrico como se explica en detalle en la sección de ejemplos de la presente invención. La extracción va seguida de espectrometría de emisión óptica con acoplamiento de plasma (ICP-OES) frente a patrones de elementos de aluminio y hierro. El contenido de aluminio y hierro se expresa en forma de los respectivos óxidos de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ , y basado en la fracción de arcilla de hormita que comprende una o más arcillas de hormita extraídas, preferentemente granuladas y secas como se define en el presente procedimiento.

Arcillas de esmectita tal y como se usan en el proceso de acuerdo con la presente invención

35 Tal y como se utiliza en la presente memoria descriptiva, la expresión "arcillas de esmectita" se refiere a la clase general de minerales arcillosos con estructuras reticulares de cristal en expansión, con la excepción de la vermiculita. Esto incluye las esmectitas dioctaédricas que consisten en montmorillonita, beidelita y nontronita y las esmectitas trioctaédricas, que incluyen saponita, hectorita y sauconita. También se incluyen arcillas de esmectita preparadas sintéticamente, por ejemplo, mediante procesos hidrotérmicos tal y como se describe en los documentos US 3.252.757; US 3.586.468; US 3.666.407; US 3.671.190; US 3.844.978; US 3.844.979; US 3.852.405; y US 3.855.147.

40 Preferentemente, la esmectita es un mineral de arcilla natural o sintético seleccionado entre el grupo que consiste en hectorita, montmorillonita, bentonita, beidelita, saponita, estevensita y sus mezclas. Las esmectitas particularmente preferidas son saponita y hectorita.

Mezcla de arcilla(s) de hormita y arcilla(s) de esmectita en forma de sus suspensiones acuosas

45 Antes de tratar con sales de alquilamonio cuaternario, la una o más arcillas de hormita y la una o más arcillas de esmectita se mezclan en forma de suspensiones acuosas en una proporción tal que el peso de una o más arcillas de hormitas exceda al peso de una o más arcilla(s) de esmectita, basado en el peso total de la arcilla. El peso de la arcilla presente en cada suspensión se puede determinar secando una parte de la suspensión respectiva (por ejemplo, 10 ml) a 130 °C durante 90 minutos. El residuo seco es la cantidad de arcilla presente en relación al peso de la suspensión (por ejemplo, 10 ml) antes del secado.

50 Lo más preferentemente es que no haya otras arcillas presentes en la suspensión de arcilla combinada además de las arcillas de hormita y esmectita, a pesar de que puedan estar presentes impurezas. Si las impurezas están presentes, la cantidad de las mismas preferentemente no debe exceder un 10 % en peso, aún más preferentemente un 5 % en peso, incluso más preferentemente un 3 % en peso y lo más preferentemente, la cantidad no debe exceder un 1 % en peso, basado en el total peso de las arcillas en la suspensión de arcilla combinada.

55 Preferentemente, la cantidad de una o más arcillas de hormita en la suspensión de arcilla combinada es de más de un 50 a un 95 % en peso, aún más preferentemente de un 60 a un 90 % en peso y lo más preferentemente de un 75 a un 85 % en peso, basado en el peso total de las arcillas en la suspensión de arcilla combinada.

Preferentemente, la cantidad de una o más arcillas de esmectita en la suspensión de arcilla combinada es de un 5 a un 50 % en peso, aún más preferentemente de un 10 a un 30 % en peso y lo más preferentemente de un 15 a un 25 % en peso, basado en el peso total de las arcillas en la suspensión de arcilla combinada.

5 Lo más preferido es que la cantidad de una o más arcillas de hormita en la suspensión de arcilla combinada sea de un 75 a un 85 % en peso, mientras que la cantidad de una o más arcillas de esmectita sea de un 15 a un 25 % en peso, ambas basadas en el peso total de las arcillas en la suspensión de arcilla combinada.

Los intervalos rangos de % en peso anteriores resultan aplicables independientemente de si la fracción de arcilla de hormita contiene solo 1 tipo de arcilla de hormita, como, por ejemplo, sepiolita, o más de un tipo de arcilla de hormita. Preferentemente, la fracción de arcilla de hormita contiene solo arcilla de sepiolita.

10 Los intervalos anteriores de % en peso resultan aplicables independientemente de si la fracción de arcilla de esmectita contiene solo 1 tipo de arcilla de esmectita como, por ejemplo, saponita o hectorita, o más de un tipo de arcilla esmectita, como una mezcla de saponita y hectorita. Preferentemente, la fracción de arcilla de esmectita contiene solo saponita o arcilla de hectorita.

Las cantidades anteriores deben entenderse antes del tratamiento con las sales de alquilamonio cuaternario.

15 Sales cuaternarias de alquilamonio tal y como se usan en el proceso de acuerdo con la presente invención

20 Las sales de alquilamonio cuaternario empleadas para tratar las arcillas en las suspensiones de arcilla combinadas comprenden preferentemente sales de alquilamonio cuaternario que contienen los mismos o diferentes grupos alquilo de cadena lineal y/o ramificados, saturados y/o insaturados con 1 a 22 átomos de carbono y/o grupos aromáticos con 6 a 14, preferentemente 6 a 10 átomos de carbono, preferentemente grupos bencilo, de modo que el resto contraiónico esté seleccionado preferentemente entre el grupo que consiste en halogenuro, tal como cloruro y bromuro, metilsulfato, sulfato, nitrato, hidróxido, acetato, fosfato y sus mezclas, más preferentemente cloruro, bromuro y metilsulfato. El "tratamiento" de la mezcla de arcilla con una o más sales de amonio cuaternario abarca la reacción química y la adsorción física y/o química.

25 Las sales de alquilamonio cuaternario particularmente preferidas se pueden describir mediante la fórmula general  $(\text{alquilo } C_{1-10})_n(\text{alquilo } C_{12-22})_m(\text{bencilo})_p N^+X^-$ , en la que  $n + m + p = 4$  y  $n = 1, 2$  o  $3$ ,  $m = 1$  o  $2$ ,  $p = 0$  o  $1$  y  $X^-$  = halogenuro, sulfato, nitrato, hidróxido, acetato o fosfato, preferentemente cloruro, bromuro o metilsulfato. Las sales de alquilamonio cuaternario especialmente preferidas son cloruro de dimetil di(alquil  $C_{14-18}$ )amonio, cloruro de metilbencil di(alquil  $C_{14-18}$ )amonio, cloruro de dimetilbencil (alquil  $C_{14-18}$ )amonio y sulfato de dimetil(2-etilhexil) (alquil  $C_{14-18}$ ) amonio, cloruro de trimetil (alquil  $C_{14-18}$ )amonio y mezclas de dos o más de las opciones preferidas. Preferentemente, el grupo anterior alquilo  $C_{14-18}$  es un grupo sebo-alquilo hidrogenado.

30 Los más preferidos son cloruro de sebo-metil-amonio bencil-dihidrogenado y cloruro de seboamonio dimetil-hidrogenado y sus mezclas. Si se emplea una mezcla de ambos, se prefiere aún más el uso de cloruro de sebo-metil-amonio bencil-dihidrogenado en una cantidad de más de un 50 % en peso, tal como un 60, 70, 75 u 80 % en peso, basado en la cantidad total de cloruro de sebo-metil-amonio bencil-dihidrogenado y cloruro de seboamonio dimetil-dihidrogenado.

35 Las arcillas en la suspensión de arcilla combinada se tratan típicamente con 5 a 80 mmol de la sal de alquilamonio cuaternario por cada 100 g de arcilla. Cuando el organoarcilla se usa en aplicaciones de alta temperatura, tal como en fluidos de perforación, pero sin limitarse a ellas, un intervalo más preferido es de 5 a 50 mmol, y aún más óptimo, de 10 a 35 mmol de la sal de alquilamonio cuaternario por cada 100 g de la mezcla de arcilla. Para muchas otras aplicaciones tixotrópicas, se usa un intervalo de aproximadamente 25 a 80 mmol, y preferentemente de 35 a 65 mmol, de la sal de alquilamonio cuaternario por cada 100 g de arcilla en la suspensión.

La cantidad utilizada se puede ajustar a la capacidad de intercambio catiónico de la suspensión de arcilla combinada, es decir, la suspensión que contiene las fracciones de arcilla de hormita y esmectita, y preferentemente debe ser al menos un 75 % de la capacidad de intercambio catiónico de dicha suspensión de arcilla.

45 Usos según la presente invención

Otro objeto principal de la presente invención es el uso de al menos uno de los aditivos mixtos de organoarcilla mineral obtenidos por medio del proceso de acuerdo con la presente invención como espesante en composiciones líquidas, preferentemente en composiciones líquidas no acuosas que incluso más preferentemente comprenden al menos una resina epoxi.

50 Resinas epoxi para usar en la presente invención

Las resinas epoxi según la presente invención contienen en promedio más de un anillo de oxirano por molécula. Se pueden curar con los llamados agentes de endurecimiento (también llamados "agentes de curado") por medio de reacción del anillo de oxirano con un grupo funcional del agente de endurecimiento que es reactivo frente al anillo de oxirano. Las resinas epoxi de uso común se forman haciendo reaccionar fenoles reactivos, alcoholes, ácidos y/o

aminas con epíclorhidrina.

De la manera más común, el anillo de oxirano está presente en las resinas epoxi en forma de un grupo glicídilo. El número de entidades de base reactivas, que forman resinas epoxi por reacción de epíclorhidrina es casi ilimitado, lo que resulta en una gran cantidad de resinas técnicamente importantes. Además, los compuestos alifáticos y cicloalifáticos insaturados se pueden epoxidar, por ejemplo, con ácido peracético.

En principio, todas las resinas epoxi obtenidas en los procesos anteriormente mencionados se pueden usar en la presente invención.

Preferentemente, las resinas epoxi usadas en la presente invención están seleccionadas entre el grupo que consiste en éteres de glicídilo, como éter diglicídílico de bisfenol A, éter diglicídílico de bisfenol F, novolaca de epóxido, novolaca de epóxido y o-cresol, 1,3-propano-, 1,4-butano o éter 1,6-hexano-diglicídílico éter y éter glicídílico de poli(óxido de alquileo); ésteres de glicídilo, como el diglicídil éster del ácido hexahidroftálico; glicidilaminas, como diglicídil anilina o tetraglicídilmetilendianilina; epóxidos cicloalifáticos, como 3,4-epoxi-ciclohexil-epoxietano o 3,4-epoxi-ciclohexilmetil-3,4-epoxi-ciclohexano carboxilato; e isocianuratos de glicídilo, como isocianurato de trisglicídilo.

Las resinas epoxi usadas en la presente invención preferentemente poseen un peso equivalente de epóxido de 100 a 300 g, de forma particularmente preferida de 130 a 220 g. Por ejemplo, el éter diglicídílico de bisfenol-A posee un peso equivalente de epóxido de aproximadamente 170,2 g (peso molecular: 340,4 g/mol; dos grupos oxirano;  $340,4 \text{ g}/2 = 170,2 \text{ g}$ ).

Otras resinas epoxi que se pueden usar en las composiciones líquidas de la presente invención se describen, por ejemplo, en los documentos EP 0 835 910 A1, EP 2 085 426 A1 o EP 1141071 A1.

Agentes de endurecimiento para usar con las resinas epoxi

Aunque la forma de almacenamiento típica de la composición líquida que contiene resina epoxi de la presente invención normalmente no contiene un agente de endurecimiento, como se ha explicado anteriormente, el agente de endurecimiento se mezcla con o dentro de dicha composición líquida de la invención poco antes de su uso para comenzar una reacción de curado. Dichas formulaciones que contienen un agente de endurecimiento se denominan formulaciones "de uso inmediato".

En la bibliografía técnica relevante, los agentes de endurecimiento para resinas epoxi se conocen bien y a menudo se los denomina "agentes de endurecimiento de epóxido" de acuerdo con su función (véase, por ejemplo, Kittel, "Lehrbuch der Lacke und Beschichtungen", vol. 2, 2ª ed., 1998, págs. 267 a 318).

Los agentes de endurecimiento de epóxido son típicamente compuestos o polímeros di o polifuncionales, cuyos grupos funcionales son aptos para la reacción con grupos oxirano. Normalmente los grupos reactivos epóxido funcionales de agentes de endurecimiento se usan en una cantidad estequiométrica en relación con los grupos oxirano de resinas epóxido. La concentración de anillos de oxirano en la resina epóxido se puede determinar mediante valoración. La cantidad de agente de endurecimiento se puede determinar fácilmente a partir del peso equivalente de hidrógeno activo en el agente de endurecimiento. Preferentemente, los agentes de endurecimiento de epóxido que resultan apropiados en la presente invención están seleccionados entre el grupo que consiste en diaminas, poliaminas, poliamidas y anhídridos de ácido carboxílico cíclicos. De forma particularmente preferida son diaminas, poliaminas y poliamidas. Incluso más preferentemente, se contemplan diaminas y poliaminas como agentes de endurecimiento de epóxido.

Las diaminas y poliaminas particularmente preferidas pueden estar seleccionadas entre el grupo de diaminas alifáticas y poliaminas alifáticas, tales como dietilentriamina, trietiltratramina o 3,3',5-trimetilhexametildiamina; aminas cicloalifáticas, como 1,2-ciclohexil diamina, isoforona diamina y su mezcla de isómeros o m-xililendiamina; aminas aromáticas, como metilendianilina o 4,4-diamino difenilsulfona; aminas modificadas, como bases de Mannich (por ejemplo, dietilentriamina-fenol-base de Mannich) o aductos de amina de 3,3',5-trimetilhexametildiamina y éter diglicídílico de bisfenol A.

Los agentes de endurecimiento particularmente preferidos de tipo de poliamida son las poliaminoamidas y dician diamida.

Los representantes típicos de agentes de endurecimiento de tipo anhídrido de ácido carboxílico cíclico que se utilizan en los sistemas de resina termoestable son, por ejemplo, anhídrido ftálico o anhídrido hexahidroftálico.

Los pesos equivalentes de hidrógeno activo preferidos en el agente de endurecimiento son de 15 a 70 g, aún más preferentemente de 20 a 60 g, por ejemplo, para isoforona diamina, el peso equivalente de hidrógeno activo es 42,57 g (peso molecular: 170,3 g/mol; 2 grupos  $\text{NH}_2$  con dos hidrógenos activos cada uno = 4 hidrógenos activos;  $170,3 \text{ g}$  dividido entre 4 = 42,57 g).

Un listado no limitante de agentes de endurecimiento apropiados se puede encontrar, por ejemplo, en el documento EP 0835 910 A1.

Los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención también se pueden usar en la composición de agente de endurecimiento.

Campos adicionales de aplicación de los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta producidos de acuerdo con la presente invención

- 5 Los aditivos de organoarcilla mineral mixta producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención se pueden usar como agente espesante, más particularmente como agente tixotrópico.

Los aditivos de organoarcilla mineral mixta producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención se usan típicamente en una amplia variedad de composiciones orgánicas líquidas. "Una composición" en el presente contexto es una formulación que contiene el aditivo de la presente invención y al menos una entidad química adicional. "Una composición líquida" en el presente contexto es una composición que está en estado líquido a la temperatura a la que se usa y se complementa con el aditivo tal y como se produce de acuerdo con el proceso de la presente invención. Preferentemente, las composiciones orgánicas líquidas son líquidas a temperaturas inferiores a 40 °C, más preferentemente son líquidas a 25 °C (es decir, temperatura ambiente). Una "composición orgánica líquida" es una composición líquida que contiene el aditivo tal y como se produce de acuerdo con el proceso de la presente invención y al menos una entidad química adicional que pertenece a entidades orgánicas. Dichas entidades orgánicas pueden ser, por ejemplo, compuestos o polímeros, o mezclas de los mismos unos con otros. Además de ingredientes no solubles, como por ejemplo materiales de relleno y pigmentos que también pueden estar presentes en las composiciones orgánicas líquidas, las entidades orgánicas que difieren del aditivo de la presente invención están preferentemente presentes en una cantidad de al menos un 50 % en peso, más preferentemente en una cantidad de un 60 % en peso y más preferentemente en una cantidad de un 70 % en peso o más.

Ejemplos de composiciones orgánicas líquidas son, por ejemplo, materiales de revestimiento, sellantes, adhesivos, fluidos de perforación de petróleo, fluidos de perforación de gas, materiales compuestos como nanocomposites y compuestos de moldeo o simplemente una composición orgánica líquida que contenga además del aditivo reológico solo uno o más disolventes orgánicos.

- 25 Dichas composiciones orgánicas líquidas contienen el aditivo de reología de organoarcilla mineral mixta tal y como se produce de acuerdo con el procedimiento de la presente invención, típicamente en una cantidad de aditivo de un 0,1 a un 10 % en peso, más preferentemente de un 0,1 a un 8 % en peso y aún más preferentemente de un 0,5 a un 5 % en peso, basado en el peso total de la composición orgánica líquida.

- 30 Un gran desafío para las organoarcillas convencionales son las composiciones que contienen resinas epoxi tales como, por ejemplo, revestimientos, adhesivos y sellantes. Las composiciones de revestimiento epoxi particularmente de contenido reducido o nulo de disolvente brindan pocas posibilidades para optimizar la capacidad de dispersión de las organoarcillas convencionales mediante pregeles poco concentrados.

Además, los sistemas típicos en los que las organoarcillas convencionales fallan son sistemas de alto contenido en sólidos y, en particular, sistemas exentos de disolvente.

- 35 Aunque los efectos de los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención son los más pronunciados en sistemas problemáticos como la composición que contiene resina epoxi, su efecto espesante y tixotrópico no se limita, por supuesto, a este sistema específico. Por el contrario, los efectos espesantes y más particularmente tixotrópicos logrados con el uso de los aditivos reológicos de organoarcilla mineral mixta producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención, por supuesto, también se desarrollan en otros sistemas orgánicos líquidos o simplemente en disolventes orgánicos.

Por lo tanto, se descubre que los productos de organoarcilla producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención muestran propiedades inesperadas y altamente deseables cuando se usan como tixotrópicos en diversos sistemas de base orgánica además de las composiciones que contienen resina epoxi.

- 45 Por ejemplo, cuando se usa en gelificación de resinas de poliéster insaturado, se encuentra que los aditivos producidos de acuerdo con la invención se pueden agitar y dispersar directamente en una disolución de resina de monómero/resina de poliéster insaturado y proporcionan propiedades gelificantes muy satisfactorias. Dichas composiciones de resina de poliéster insaturado comprenden una disolución de una resina de poliéster insaturado en un monómero que es capaz de experimentar una reacción de reticulación con la resina. Los monómeros adecuados para las composiciones de resina de poliéster insaturado son compuestos aromáticos insaturados que comprenden uno o más radicales etilénicamente insaturados, tales como un radical vinilo, un radical vinilo sustituido o un radical alílico, por ejemplo, estireno (que se prefiere), alfa-metilestireno, divinilbenceno, alilbenceno y metacrilato de metilo.

- 55 Dichas resinas de poliéster insaturado pueden ser cualesquiera de las conocidas en la técnica anterior. Ejemplos adecuados son poliésteres de dienos tales como dicitropentadieno, así como poliésteres de ácidos dicarboxílicos y dioles que tienen una cantidad importante de insaturación olefínica, preferentemente de 10 a 75 grupos olefínicos por cada 100 grupos éster. La insaturación olefínica deriva preferentemente del ácido carboxílico, aunque el diol también puede ser insaturado. Los dioles típicos son etilenglicol y propilenglicol. Los ácidos insaturados típicos incluyen ácido maleico, ácido fumárico y ácido ftálico o anhídridos de estos ácidos. Dichas resinas de poliéster se fabrican mediante

técnicas convencionales de esterificación. Preferentemente, las resinas de poliéster insaturado, útiles para preparar las composiciones de poliéster, tienen pesos moleculares promedio expresados en peso de aproximadamente 400 a 10.000 (determinado por cromatografía de permeabilidad de gel) y preferentemente números de ácido dentro del intervalo de 30 a 45 mg de KOH por gramo de resina.

- 5 El aditivo producido de acuerdo con el proceso de la presente invención se usa generalmente en composiciones de revestimiento, adhesivo o sellante en una cantidad tal que la composición final tenga una curva de flujo que permita la aplicación, pero evite el drenaje o el corrimiento del material desde la superficie a la cual se aplican las formulaciones de uso inmediato. En general, las composiciones de revestimiento contienen una cantidad de un 0,1 a un 10 % en peso, preferentemente de un 0,1 a un 8 % en peso y aún más preferentemente de un 0,5 a un 5 % en peso, basado en el peso total de la composición de revestimiento de uso inmediato.

- 10 Además, los aditivos reológicos producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención producen resultados sorprendentes cuando se utilizan en fluidos de perforación a alta temperatura. Mediante el uso de dichos aditivos producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención, se puede proporcionar una composición de fluido de perforación respetuosa con el medio ambiente que tenga una alta viscosidad estable y alta resistencia del gel a temperaturas de uso de al menos 230 °C. Dicho fluido de perforación comprende un vehículo de aceite biodegradable de baja toxicidad y, como agente que confiere viscosidad, un aditivo producido de acuerdo con el proceso de la presente invención.

- 15 Los aditivos producidos de acuerdo con el proceso de la presente invención también se pueden usar en la preparación de nanocomposites por medio de cualquiera de los métodos establecidos en las patentes referenciadas anteriormente, y con una gran variedad de resinas polimerizables tales como poliamidas, resinas epoxi, resinas de polivinilo, poliacrilamidas, etc. Cuando se usan en compuestos como nanocomposite, los aditivos de la presente invención producen mejoras inesperadas en las propiedades mecánicas y de otro tipo del composite, incluso con respecto a resistencia a la tracción, módulo de tracción y módulo de flexión, todos los cuales son atributos altamente significativos para los plásticos y formuladores similares.

- 20 La invención se ilustrará a continuación mediante ejemplos, que se deben considerar como ilustrativos y no delimitantes de la invención. A menos que se indique lo contrario, todas las partes y porcentajes están en peso.

#### Ejemplos de preparación

- 25 Las siguientes 10 muestras de arcilla de hormita son muestras de sepiolita obtenidas de un sitio minero en España. Las muestras fueron controladas por difracción de rayos X en cuanto a impurezas minerales en régimen doméstico. La existencia de sepiolita, paligorsquita se muestra por un pico principal (110) alrededor de 12,1 angstrom y algunos más pequeños relacionados. La cantidad de impurezas cristalinas se detectó por sus picos específicos de material en difracción de rayos X (XRD). La cantidad de impurezas de cuarzo cristalino o dolomita en todas las muestras es inferior al límite de detección de un 0,2 % en peso.

#### Determinación del contenido de $Al_2O_3$ y $Fe_2O_3$

- 30 Se granularon de forma fina 10 g de la muestra de arcilla bruta (extraída del sitio minero) y se secaron durante 2-3 horas a 105 °C hasta peso constante. Se pesaron aproximadamente 500 mg de la muestra seca en un crisol de platino y se humedecieron con 1 a 2 ml de agua destilada. Con precaución, se agregaron aproximadamente 10 ml de HF (40 %) y se vaporizó en baño de arena de laboratorio hasta sequedad. Después de eso, se agregaron nuevamente 10 ml de HF concentrado y se evaporó a sequedad de nuevo. Este procedimiento se repitió una vez más. A continuación, se añadieron 20 ml de HCl concentrado y se vaporizó de nuevo. Se añadió HCl concentrado en la medida necesaria para obtener una disolución transparente. La disolución transparente se enjuagó en un matraz volumétrico de 100 ml con agua destilada y se llenó hasta la marca. Los metales se determinaron a partir de esta disolución por medio de espectrometría de emisión óptica de plasma con acoplamiento inductivo (ICP-OES) frente a un patrón de elemento. Las longitudes de onda utilizadas para Al fueron 308,215 nm, 396,152 nm, 394,401 nm. Las longitudes de onda utilizadas para Fe fueron 238,204 nm, 259,939 nm, 234,349 nm. El contenido de aluminio encontrado se convirtió en contenido de  $Al_2O_3$  multiplicando por 1, 889 (es decir, (peso molecular de  $Al_2O_3$ )/(peso molecular de Al)). El contenido de hierro se convirtió en contenido de  $Fe_2O_3$  de la misma manera, pero multiplicándolo por 1,430.

#### Preparación de espesantes:

##### Preparación 1:

- 50 Se muele arcilla bruta de sepiolita hasta un tamaño de grano de aproximadamente 2 - 3 mm (malla de 1/8") (molino: Brown Direct Driven Pulverizer UD32, espesor de espátula 0,05 pulgadas (1,27 mm), Bico Brown International). Se añaden 850 g de la arcilla molida a 7930 g de agua caliente (135 °F, es decir, 57 °C) en un recipiente de plástico de 5 galones (18,93 litros) de lados rectos (parte superior: 11,9 pulgadas (30,2 cm); parte inferior: 10,92 pulgadas (27,7 cm); altura total: 13,31 pulgadas (33,8 cm)) bajo agitación lo suficientemente intensa como para producir un vórtice. Se agita la suspensión a la mayor velocidad posible (4100 rpm) para no perder la suspensión sobre las paredes del cubo con un álabe de Cowles en un disolvente durante 1 hora (Dispositivo de Disolución de Cowles Modelo 1-VJ; 4 pulgadas (10,2 cm) Propulsor de Alta Cizalladura de Cowles BO 4 AOB de Morehouse Cowles), de modo que en los

5 primeros 5 minutos de esta 1 hora se mantiene una espátula de 15 pulgadas (38,1 cm) en el lado del recipiente para que actúe a modo de deflector, lo que ayuda a que la lechada se espese más rápido. Luego, transcurrida 1 hora, se mezclan otros 8120 g de agua caliente. Se tamiza suspensión en un tamiz de malla metálica 100 para eliminar partículas gruesas. Se somete la suspensión dos veces a un pase a través de un molino homogeneizador de Manton-Gaulin a 4500 psi (aproximadamente 310 bar).

Se prepara una suspensión de arcilla bruta de saponita de la misma manera. La cantidad de agua se ajusta para producir una viscosidad procesable óptima. Adicionalmente, después de la detección, se pasa sobre una centrífuga para la eliminación adicional de partículas gruesas. Se pasa a través de un molino de Manton-Gaulin una vez.

10 Se prepara una suspensión mixta que contiene una relación de un 80 % de sepiolita y un 20 % de saponita sobre una base seca, es decir, sobre la base de sepiolita seca y saponita seca, respectivamente. Las condiciones generales de secado para muestras de 10 g de cualquier suspensión de arcilla son: 130 °C durante 90 minutos, seguido de enfriamiento a temperatura ambiente en un desecador. La mezcla se calienta a 60 °C y se agita para producir un vórtice. Se añaden a la mezcla 45 mmol/100 g de arcilla de una mezcla de un 75 % en peso de cloruro de sebo-metil-amonio dihidrogenado con bencilo y un 25 % en peso de cloruro de sebo-dimetil-amonio dihidrogenado y se trata durante 30 minutos. El material resultante se filtra en un embudo de vacío. La torta filtrante se seca en un horno de soplado a 60 °C para alcanzar un residuo de humedad de aproximadamente un 2-6 %. Luego se muele en un molino pulverisette con un tamiz de 0,2 mm.

Preparación 2:

20 Esto se hace como se muestra en la preparación 1. En lugar de arcilla de saponita se usa una arcilla de hectorita. La cantidad de amonio cuaternario se incrementa a 49 mmol/100 g de arcilla.

Ejemplos de aplicación

Composición líquida para usar en la presente invención:

Se mezclaron los espesantes de las preparaciones 1 y 2, respectivamente, en una resina epoxi en un Dispermat a 6000 rpm durante 5 minutos.

Epon 828 *	150 g
Preparación 1 o 2	3,75 g
* resina epoxi fluida (tipo éter diglicídico de bisfenol A) con un peso equivalente de epoxi de 185-192	

25

Mediciones de viscosidad

30 Se midieron las viscosidades se midieron en un reómetro Brookfield, husillo n°. 3 a 1 rpm. Como las viscosidades de las resinas difieren, todos los valores se normalizan para hacerlos más fáciles de comparar, por ejemplo, para la preparación 1 en la resina epoxi Epon 828, la viscosidad objetivo aceptable es 113.400 mPas y se ajusta como 1 (viscosidad normalizada). Para la preparación 2 en la resina epoxi Epon 828, la viscosidad objetivo aceptable es de 189.000 mPas y se establece como 1 (viscosidad normalizada). Todas las viscosidades que se muestran en las siguientes tablas 1 y 2, respectivamente, son relaciones para este ajuste y son más fáciles de comparar de un vistazo.

Las viscosidades normalizadas por debajo de 1 no se consideran aceptables en la presente comparación, mientras que las viscosidades normalizadas de 1 y superiores resultan aceptables.

35 Tabla 1

Serie de Preparación 1	Viscosidad Normalizada	"Composición química"	
Hecho de la muestra no.	Composición epoxi	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1*	0,62	3,00	3,50
2	1,34	2,10	2,54
3	1,13	2,20	2,67

ES 2 809 733 T3

<b>Serie de Preparación 1</b>	Viscosidad Normalizada	"Composición química"	
Hecho de la muestra no.	Composición epoxi	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
4	1,59	2,60	3,10
5*	0,66	3,80	4,60
6*	0,59	3,70	4,66
7	1,48	2,00	2,42
8	1,10	1,30	1,56
9*	0,29	5,00	6,30
10	1,19	1,30	1,57
* Ejemplos comparativos			

Tabla 2

<b>Serie de reparación 2</b>	Viscosidad Normalizada	"Composición química"	
Hecho de la muestra no.	Composición epoxi	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
1*	0,34	3,00	3,50
2	1,14	2,10	2,54
5*	0,33	3,80	4,60
6*	0,48	3,70	4,66
7	1,11	2,00	2,42
8	1,19	1,30	1,56
9*	0,28	5,00	6,30
10	1,86	1,30	1,57
* Ejemplos comparativos			

5 Las Figuras 1 y 2, respectivamente, muestran los resultados de las Tablas 1 y 2 como diagramas-xy con las viscosidades normalizadas como eje x y el contenido de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y el contenido de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> combinado de la fracción de hormita (i) como eje y.

10 Como se puede apreciar a partir de las Figuras 1 y 2, existe una fuerte correlación de la efectividad de los aditivos de reología de organoarcilla mineral de la presente invención para proporcionar un efecto espesante en la composición que contiene resina epoxi, que depende de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cantidad en la fracción de arcilla de hormita que se usa para producir los aditivos de la presente invención.

**REIVINDICACIONES**

1.- Un uso de al menos un aditivo de reología de organoarcilla mineral mixta, que comprende o consiste en una mezcla de arcilla mineral tratada con sales de alquilamonio cuaternario preparada por medio de

i. formar una suspensión acuosa de arcilla de hormita (a)

5 ii. formar una suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b)

iii. combinar la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) con la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) para formar una suspensión combinada de arcilla (c)

iv. tratar la suspensión de arcilla combinada I con una o más sales de alquilamonio cuaternario

10 v. separar la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario producida de este modo del medio acuoso,

en el cual

la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) se forma por medio de

15 (i.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de hormita seleccionadas entre el grupo de sepiolitas y paligorsquitas en un medio acuoso para formar una dispersión, y en el que la fracción de arcilla de hormita empleada contiene menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ ,

y

la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) se forma por medio de

(ii.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de esmectita en un medio acuoso para formar una dispersión,

20 y

en que el peso del contenido de arcilla de hormita excede el peso del contenido de arcilla de esmectita en la suspensión de arcilla combinada (c); y

25 sometiendo las dispersiones formadas en (i.1) e (ii.1) a cizalladura de fluido a alta velocidad antes de llevar a cabo la etapa iii. y/o después de haber llevado a cabo la etapa iii, en una composición líquida que comprende al menos una resina epoxi.

2.- El uso de acuerdo con la reivindicación 1, comprendiendo además la composición líquida un agente de endurecimiento que comprende grupos que reaccionan con grupos epoxi.

3.- El uso de acuerdo con la reivindicación 2, estando seleccionado el agente de endurecimiento entre el grupo que consiste en diaminas, poliaminas, poliamidas y anhídridos de ácido carboxílico cíclico y mezclas de los mismos.

30 4.- Un proceso para producir un aditivo de reología de organoarcilla mineral mixta, que comprende o consiste en una mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario, estando el proceso caracterizado por:

i. formar una suspensión acuosa de arcilla de hormita (a)

ii. formar una suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b)

35 iii. combinar la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) con la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) para formar una suspensión combinada de arcilla (c)

iv. tratar la suspensión de arcilla combinada (c) con una o más sales de alquilamonio cuaternario, y

v. opcionalmente separar la mezcla de arcilla mineral tratada con sal de alquilamonio cuaternario producida de este modo del medio acuoso,

en el cual

40 la suspensión acuosa de arcilla de hormita (a) se forma por medio de

(i.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de hormita seleccionadas entre el grupo de sepiolitas y paligorsquitas en un medio acuoso para formar una dispersión, y en el que la fracción de arcilla de hormita empleada contiene menos de un 3,0 % en peso de  $Al_2O_3$ , menos de un 1,0 % en peso de  $Fe_2O_3$ , y menos de un 3,5 % en peso de la combinación de  $Al_2O_3$  y  $Fe_2O_3$ ,

y

la suspensión acuosa de arcilla de esmectita (b) se forma por medio de

(ii.1) dispersión de una fracción de una o más arcillas de esmectita en un medio acuoso para formar una dispersión,

y

- 5 en que el peso del contenido de arcilla de hormita excede el peso del contenido de arcilla de esmectita en la suspensión de arcilla combinada (c); y

sometiendo las dispersiones formadas en (i.1) e (ii.1) a cizalladura de fluido a alta velocidad antes de llevar a cabo la etapa iii. y/o después de haber realizado la etapa iii.

- 10 5.- El proceso de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el peso de la fracción de una o más arcillas de hormita (i), basado en el peso total de las arcillas en la suspensión de arcilla combinada, es de un 60 a un 95 % en peso.

6.- El proceso de acuerdo con la reivindicación 4 o 5, en el que el peso de la fracción de una o más arcillas de esmectita (ii), basado en el peso total de las arcillas en la suspensión de arcilla combinada, es de un 5 a un 40 % en peso.

- 15 7.- El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, en el que la una o más arcillas de esmectita están seleccionadas entre el grupo que consiste en hectoritas, montmorillonitas, bentonitas, beidelitas, saponitas, estevensitas y mezclas de las mismas.

8.- El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la arcilla de esmectita está seleccionada entre el grupo que consiste en hectoritas, saponitas y mezclas de las mismas.

- 20 9.- El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 8, en el que la sal de alquilamonio cuaternario contiene los mismos o diferentes grupos alquilo de cadena lineal o ramificados, saturados o insaturados que tienen de 1 a 22 átomos de carbono y el resto de contraión está seleccionado entre el grupo que consiste en cloruro, bromuro, metilsulfato, nitrato, hidróxido, acetato, fosfato y sus mezclas.

10.- El proceso de acuerdo con la reivindicación 9, en el que la sal de alquilamonio cuaternario está seleccionada entre el grupo que consiste en cloruro de dimetil di(alquil C<sub>14-18</sub>)amonio, cloruro de metil bencil di(alquil C<sub>14-18</sub>) amonio, cloruro de dimetil bencil alquil C<sub>14-18</sub> amonio, metilsulfato de dimetil alquil C<sub>14-18</sub> 2-etilhexilamonio y mezclas de los mismos.

- 25 11.- El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 10, en el que la mezcla de arcilla mineral se trata con aproximadamente 5 a 80 mmol de la sal de alquilamonio cuaternario por cada 100 g de arcilla en la suspensión de arcilla combinada.

- 30 12.- El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 11, en el que posteriormente a la etapa (i.1) la suspensión acuosa (a) y posteriormente a la etapa (ii.1) la suspensión acuosa (b) se tamizan a través de un tamiz de malla metálica al menos 100 (malla metálica estándar de Estados Unidos) para eliminar las partículas gruesas.

13.- El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 12, en el que la suspensión acuosa (a) y la suspensión acuosa (b) se someten a cizalladura de fluido a alta velocidad haciendo pasar la suspensión respectiva o una mezcla de las suspensiones a través de una separación estrecha, a través de la cual se mantiene un diferencial de presión.

- 35 14.- Un uso de los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta obtenidos por medio del proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4 a 13 como agente espesante.

15.- El uso de acuerdo con la reivindicación 14, en el que los aditivos de reología de organoarcilla mineral mixta se usan como agentes espesantes en una composición líquida.

16.- El uso de acuerdo con la reivindicación 15, en el que la composición líquida es una composición orgánica líquida.

- 40 17.- El uso de acuerdo con la reivindicación 16, en el que la composición orgánica líquida está seleccionada entre el grupo que consiste en materiales de revestimiento, sellantes, adhesivos, fluidos de perforación de petróleo, fluidos de perforación de gas, materiales de composite, compuestos de moldeo y composiciones orgánicas líquidas que contienen solo uno o más disolventes orgánicos además del aditivo de reología de organoarcilla mineral.

- 45 18.- El uso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 y 15 a 17, en el que el aditivo de reología organoarcilla mineral mixta está presente en una cantidad de un 0,1 a un 10 % en peso basado en el peso total de la composición líquida.

Figura 1

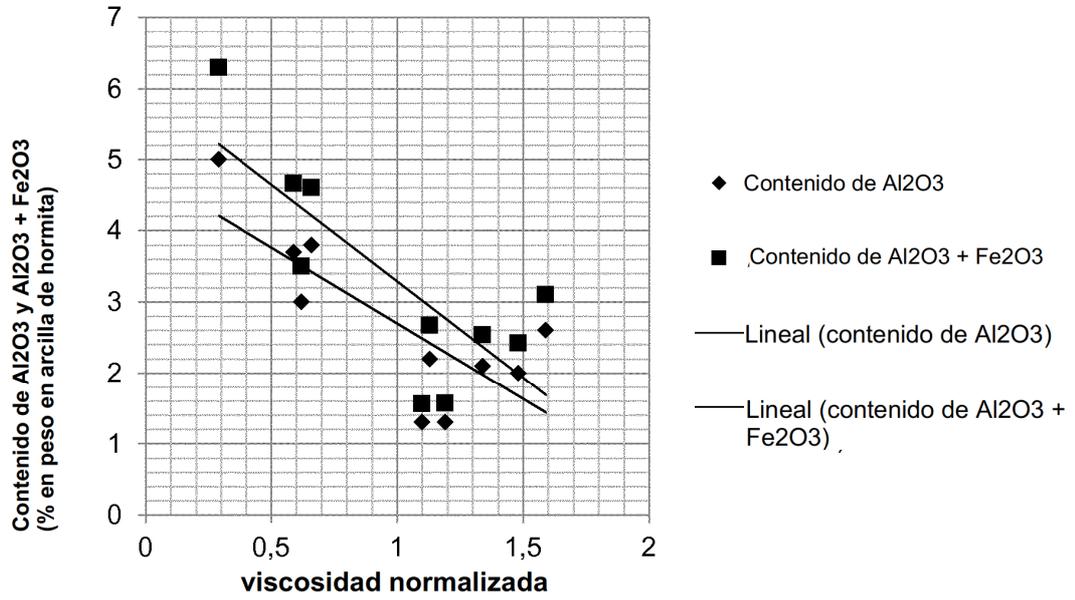


Figura 2

