

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 991 452**

51 Int. Cl.:

**C09D 5/00** (2006.01)

**E02D 31/00** (2006.01)

**C09D 7/61** (2008.01)

**C09D 7/40** (2008.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.06.2019 PCT/IB2019/054844**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.12.2019 WO19239302**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.06.2019 E 19746154 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2024 EP 3807365**

54 Título: **Un sustrato no conductor recubierto**

30 Prioridad:

**15.06.2018 WO PCT/IB2018/054427**

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

**03.12.2024**

73 Titular/es:

**ARCELORMITTAL (100.0%)  
24-26 Boulevard d'Avranches  
1160 Luxembourg, LU**

72 Inventor/es:

**ALVAREZ-ALVAREZ, ABEL;  
PEREZ VIDAL, OSCAR;  
RODRIGUEZ MARTINEZ, CARLOS JAVIER;  
FERNANDEZ ALVAREZ, JOSÉ PAULINO;  
SUAREZ GARCIA, CARLOS;  
BLANCO IGLESIAS, HUGO y  
MELCONMIGUEL, JORGE**

74 Agente/Representante:

**PONTI & PARTNERS, S.L.P.**

ES 2 991 452 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 sustrato no conductor recubierto

5 **[0001]** La presente invención se refiere a un sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente con una pintura que comprende óxido de grafeno reducido y un polímero termoendurecible, el sustrato no conductor está recubierto directamente por la pintura, un procedimiento para la fabricación de este sustrato no conductor recubierto, procedimientos para detectar fugas y deformación por tensión. Es particularmente adecuado para la industria minera, la industria electrónica, los sistemas de tuberías de plástico, la industria de la confección y los  
10 plásticos de ingeniería utilizados en la industria automotriz o aeroespacial.

**[0002]** Se conoce el uso de geomembranas, geotextiles o revestimientos de arcilla geosintética (GCL) como capas de barrera de agua utilizadas en la construcción de instalaciones de retención de agua (por ejemplo, presas y estanques) o instalaciones de guía de agua (por ejemplo, drenaje y canales). Estos textiles se pueden desplegar a  
15 gran escala y potencialmente pueden cubrir muchos miles de metros cuadrados. Los geotextiles pueden servir para muchos propósitos, pero predominantemente no son en sí mismos una barrera para la entrada de agua. Cuando se requieren propiedades de barrera contra el agua, normalmente se usa una capa impermeable adicional. Los revestimientos de arcilla geosintética (GCL) pueden ser membranas de plástico impermeables y/o composiciones que contienen arcillas. El revestimiento de arcilla es el procedimiento tradicional de impermeabilización de las instalaciones  
20 de retención de agua. Estos ofrecen un rendimiento mejorado con respecto a los movimientos de tierra de arcilla tradicionales y se utilizan en embalses y vertederos. Las geomembranas son revestimientos de membrana sintética de muy baja permeabilidad que se utilizan con cualquier material relacionado con la ingeniería geotécnica para controlar la migración de fluidos (o gases) en un proyecto, estructura o sistema hecho por el hombre.

25 **[0003]** Una GCL comprende típicamente al menos tres capas: es decir, una capa de arcilla intercalada entre dos capas geosintéticas. Las dos capas geosintéticas utilizadas para intercalar la arcilla pueden ser cualquier combinación de geotextil tejido o no tejido, geomallas, georedes o geomembranas. Por ejemplo, la estructura puede comprender una capa de refuerzo o de respaldo de geomalla o geored y un geotextil no tejido. La capa de refuerzo puede ser un textil tejido o una red. La arcilla es a menudo bentonita y puede contener aditivos, tales como aglutinantes  
30 poliméricos y/o estabilizadores.

**[0004]** Las capas de barrera contra el agua, como los revestimientos de estanques y GCL, generalmente requieren protección contra daños para garantizar que conserven sus propiedades de barrera. Un pequeño orificio en el revestimiento puede provocar una fuga de agua significativa, especialmente con el tiempo. En algunos casos, por  
35 ejemplo, en la contención de residuos mineros donde el agua está contaminada y se está reteniendo o dirigiendo para proteger el medio ambiente, pequeñas cantidades de fugas pueden tener un efecto significativo y pueden causar un daño ambiental sustancial, y potencialmente incurrir en grandes costes para rectificar. En tales aplicaciones, la integridad del revestimiento es crítica, al igual que la capacidad de determinar y monitorear esa integridad en todo momento.

40 **[0005]** La inspección de la integridad de la barrera puede incluir la inspección eléctrica, donde se aplica un voltaje a la superficie de la barrera aislante y, en las condiciones adecuadas, se puede formar un circuito a través de cualquier defecto en el material de la barrera. Para que se forme un circuito, se requiere un mecanismo de conducción eléctrica en el lado opuesto de la barrera a la que se aplica el voltaje. Cuando un electrolito, incluso uno muy débil,  
45 está presente debajo de la barrera, se puede transportar suficiente corriente para formar un circuito a través del defecto y al equipo de inspección. Por ejemplo, la arcilla es a menudo un electrolito suficiente debido a su contenido de sal y agua.

**[0006]** Para ayudar a la formación de un camino propicio, se puede utilizar agua como parte de la estructura, para facilitar el proceso de inspección. En los casos en que la arcilla está seca, no funciona como electrolito, por lo que el mecanismo de inspección conductiva se vuelve poco confiable. En los casos en que están presentes múltiples  
50 capas de aislante en la capa de barrera, no existe un mecanismo confiable para formar un circuito.

**[0007]** La solicitud de patente WO2017/132734 describe un textil eléctricamente conductor que incorpora  
55 grafeno para detectar fugas. La incorporación de grafeno en un textil se puede lograr mediante diferentes procedimientos, incluida la mezcla del grafeno en el polímero antes de formar la fibra. También es posible recubrir fibras o un textil con grafeno para hacer el textil conductor. El grafeno puede estar presente como un polvo o como una dispersión en un fluido para facilitar la dispersión del grafeno en el polímero. Los procedimientos adecuados de incorporación de grafeno en el polímero incluyen: Composición en estado fundido de grafeno en el polímero; polimerización in situ del polímero con el grafeno, y; mezcla en solución. En los Ejemplos, se usó grafeno dispersado en etanol, xileno, agua o acrílico para recubrir los geotextiles. El óxido de grafeno disperso en agua también se depositó  
60 en el geotextil. Fue seguido por la reducción de óxido de grafeno en grafeno utilizando ácido cítrico.

**[0008]** La solicitud de patente WO2017/177269 describe un revestimiento de arcilla geosintética que incorpora  
65 un textil eléctricamente conductor para detectar fugas. Dicho textil puede incorporar fibras conductoras o estar

recubierto con un recubrimiento conductor. Las fibras conductoras contienen preferentemente grafeno, o están recubiertas con grafeno, o alternativamente el propio textil puede estar recubierto con grafeno. La incorporación de grafeno en un textil se puede lograr mediante muchos procedimientos, incluida la mezcla del grafeno en el polímero antes de formar la fibra. También es posible recubrir fibras o un textil con grafeno para hacer el textil conductor. El grafeno puede estar presente como un polvo o como una dispersión en un fluido para facilitar la dispersión del grafeno en el polímero. Los procedimientos de incorporación de grafeno en el polímero pueden incluir: Composición en estado fundido de grafeno en el polímero; polimerización in situ del polímero con el grafeno, y; mezcla en solución.

**[0009]** Composición en estado fundido de grafeno en el polímero; la polimerización in situ del polímero con el grafeno y la mezcla en solución son técnicas utilizadas para polímeros termoplásticos.

**[0010]** Sin embargo, en ambas solicitudes de patente WO2017/177269 y WO2017/132734, si el grafeno o el óxido de grafeno se dispersa en un disolvente como xileno, etanol, agua antes de depositarse en el geotextil, lo que permite una mala adherencia del grafeno en el geotextil; si el grafeno se dispersa en acrílico antes de depositarse y se funde en el geotextil, lo que resulta en un alto riesgo de mala dispersión del grafeno, ya que se sabe que los termoplásticos son polímeros viscosos. La mala adherencia y la mala dispersión pueden dar como resultado una mala calidad de detección de fugas.

**[0011]** Además, existe la necesidad de evaluar la deformación por deformación de los sustratos no conductores geomembranas, geotextiles o GCL. De hecho, los dispositivos de detección de tensión muy sensibles son muy necesarios para monitorear el estado de dichos productos para detectar temprano un defecto que ocurre en una situación extrema como un desastre natural (por ejemplo, un terremoto) o en una situación habitual como el desgaste.

**[0012]** Por lo tanto, el objeto de la invención es mejorar la calidad de la detección de fugas de sustratos no conductores. Además, el propósito es detectar la deformación por deformación de dichos sustratos no conductores para, entre otros, mejorar la vida útil de los sustratos.

**[0013]** Este se logra proporcionando un sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente según la reivindicación 1. El sustrato de acero recubierto también puede comprender cualquiera de las características de las reivindicaciones 2 a 7.

**[0014]** La invención también cubre un procedimiento para la fabricación del sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente según las reivindicaciones 8 a 10.

**[0015]** La invención también cubre un procedimiento para detectar una fuga con el sustrato no conductor recubierto al menos parcialmente según las reivindicaciones 11 a 12.

**[0016]** La invención también incluye un procedimiento para detectar una deformación por tensión con el sustrato no conductor recubierto al menos parcialmente según las reivindicaciones 13 a 14.

**[0017]** Finalmente, la presente descripción cubre el uso de un sustrato no conductor que está al menos parcialmente recubierto (no reivindicado).

**[0018]** Se definen los siguientes términos:

- Óxido de grafeno reducido significa óxido de grafeno que se ha reducido. El óxido de grafeno reducido comprende una o varias capas de grafeno con algunos grupos funcionales de oxígeno, incluidos grupos cetona, grupos carboxilo, grupos epoxi y grupos hidroxilo, y
  - Los biopolímeros son polímeros producidos por organismos vivos; en otras palabras, son biomoléculas poliméricas.
- Los biopolímeros contienen unidades monoméricas que se unen covalentemente para formar estructuras más grandes.

**[0019]** Otras características y ventajas de la invención se harán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada de la invención.

**[0020]** Para ilustrar la invención, se describirán diversas realizaciones y ensayos de ejemplos no limitantes, en particular, con referencia a las siguientes Figuras:

- La Figura 1 ilustra un ejemplo de una nanoplaqueta de óxido de grafeno reducido según la presente invención.
- La Figura 2 ilustra un ejemplo de unas pocas nanoplaquetas de óxido de grafeno reducido según la presente invención.
- Las Figuras 3a y 3b ilustran un ejemplo de una detección de fugas.

**[0021]** La invención se refiere a un sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente en al menos un lado con una pintura que comprende óxido de grafeno reducido que tiene un área de superficie inferior a

300 m<sup>2</sup>.gr<sup>-1</sup> y al menos un polímero termoendurecible, estando el sustrato no conductor recubierto directamente por la pintura.

5 **[0022]** Sin querer limitarse a ninguna teoría, parece que la pintura que incluye el óxido de grafeno reducido que tiene un área de superficie inferior a 300 m<sup>2</sup>.gr<sup>-1</sup> y el polímero termoendurecible se adhiere bien al sustrato no conductor, lo que aumenta la vida útil del sustrato no conductor recubierto. De hecho, se cree que gracias al polímero termoendurecible, el óxido de grafeno reducido está altamente disperso en la pintura, lo que conduce a una mejora de la calidad de detección. Por último, la pintura depositada sobre el sustrato no conductor es un sistema fácil y sencillo que permite la detección de fugas y deformaciones por tensión.

10 **[0023]** Preferentemente, el óxido de grafeno reducido tiene un área de superficie inferior a 290m<sup>2</sup>.gr<sup>-1</sup> Preferentemente, el óxido de grafeno reducido tiene un área de superficie superior a 200m<sup>2</sup>.gr<sup>-1</sup>- Cuando el área de superficie es igual o superior a 300m<sup>2</sup>.gr<sup>-1</sup>, parece que la calidad de la detección de fugas de sustratos no conductores disminuye ya que la pintura es demasiado sensible y, por lo tanto, también se detecta el ruido de fondo.

15 **[0024]** El óxido de grafeno reducido puede producirse a partir de grafito de kish como se describe en las solicitudes de patente PCT/IB2017/000348, que tiene un miembro de la familia de patentes publicado como WO2018/178845 A1, o PCT/IB2018/053416, que se publica como WO2019/220177 A1. También se puede producir a partir de restos de electrodos como se describe en el documento PCT/IB2018/053643, que se publica como  
20 WO2019/224579 A1.

**[0025]** Preferentemente, el sustrato no conductor está recubierto en ambos lados.

25 **[0026]** En una realización preferida de la invención, el sustrato no conductor recubierto está cubierto por una capa protectora. La capa protectora puede estar hecha de polímeros termoendurecibles. En este caso, el sustrato no conductor recubierto está protegido contra la corrosión, etc.

30 **[0027]** Preferentemente, el tamaño lateral del óxido de grafeno reducido está entre 1 y 80 μm, más preferentemente entre 40 y 80 μm y ventajosamente entre 60 y 80 μm.

**[0028]** Preferentemente, el porcentaje en peso de oxígeno en el óxido de grafeno reducido está entre el 2 y el 20 % y preferentemente entre el 2 y el 10 %. De hecho, sin querer limitarse a ninguna teoría, se cree que el porcentaje de oxígeno juega un papel en la conductividad y la resistencia eléctrica de la pintura.

35 **[0029]** Preferentemente, el óxido de grafeno reducido no está funcionalizado por un biopolímero. De hecho, sin querer limitarse a ninguna teoría, se cree que el biopolímero puede disminuir la sensibilidad de la detección de fugas y deformación por tensión.

40 **[0030]** Preferentemente, el óxido de grafeno reducido está en forma de una o más nanoplaquetas. De hecho, sin querer limitarse a ninguna teoría, se cree que la forma del óxido de grafeno reducido puede desempeñar un papel en la detección, ya que parece que las nanoplaquetas pueden formar fácilmente un camino en la pintura donde circula la electricidad. La Figura 1 ilustra un ejemplo de una nanoplaqueta de óxido de grafeno reducido. El tamaño lateral significa la longitud más alta de la capa a través del eje X, el espesor significa la altura de la capa a través del eje Z y el ancho de la nanoplaqueta se ilustra a través del eje Y. La Figura 2 ilustra un ejemplo de algunas nanoplaquetas de  
45 óxido de grafeno reducido.

**[0031]** Ventajosamente, el espesor de la pintura está entre menos de 2 mm y preferentemente es de entre 50 y 500 μm.

50 **[0032]** Preferentemente, la concentración del óxido de grafeno reducido en la pintura está comprendida entre el 0,05 y el 10 % en peso, preferentemente entre el 0,05 y el 7 % en peso y ventajosamente entre el 0,5 y el 4 % en peso. De hecho, sin querer limitarse a ninguna teoría, parece que tener el óxido de grafeno reducido en la concentración anterior puede mejorar aún más la sensibilidad de detección en el caso de deformación porque en ese intervalo la conductividad de la red de nanopartículas formadas dentro de la resina termoendurecible es más sensible  
55 a las deformaciones que permiten detectar deformaciones más pequeñas.

**[0033]** Preferentemente, la pintura no comprende un polímero termoplástico. En particular, la pintura no comprende polímero acrílico. De hecho, se cree que el termoplástico mejora la viscosidad de la pintura, lo que conduce a una mala dispersión de óxido de grafeno reducido y, por lo tanto, a una mala calidad del sustrato no conductor  
60 recubierto.

**[0034]** Ventajosamente, el polímero termoendurecible se elige de entre: resina epoxi, resina de poliéster, poliuretanos, poliurea/poliuretano, caucho vulcanizado, urea-formaldehído, resina de melamina, benzoxazinas, poliimididas, bismaleimidadas, ésteres de cianato, policianuratos, furano, resinas de silicona, resinas de tiolita y éster de  
65 vinilo o una mezcla de los mismos.

**[0035]** Preferentemente, la distribución de masa molar del polímero es inferior o igual a 1300 y ventajosamente entre 700 y 1200.

5 **[0036]** Preferentemente, el sustrato no conductor es un sustrato textil o plástico. En particular, el textil es una geomembrana, un geotextil o un revestimiento de arcilla geosintética. Preferentemente, la geomembrana, el geotextil o el revestimiento de arcilla geosintética están tejidos o no tejidos.

10 **[0037]** En una realización preferida de la invención, el sustrato de plástico se elige de entre: Poli(metacrilato de metilo), acrilonitrilo butadieno estireno, familia de poliamidas, policarbonato, cloruro de polivinilo, polipropileno, polietileno y tereftalato de polietileno o una mezcla de los mismos.

**[0038]** Preferentemente, el sustrato de plástico no comprende poli-4-vinilfenol, polietersulfona o polidimetilsiloxano. De hecho, sin querer limitarse a ninguna teoría, se cree que la presencia de estos polímeros puede reducir la sensibilidad de detección.

15 **[0039]** Ventajosamente, la pintura no comprende dióxido de titanio o cobre.

**[0040]** Preferentemente, el sustrato no conductor se recubre con tiras de pintura para formar una alternancia entre el sustrato no conductor pintado y no pintado.

**[0041]** En otra realización, el sustrato no conductor se recubre con una capa completa de pintura.

25 **[0042]** El segundo objeto de la presente invención es un procedimiento para la fabricación del sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente según la presente invención, que comprende las siguientes etapas sucesivas:

- A. La mezcla de óxido de grafeno reducido, un monómero termoendurecible, un agente de curado y opcionalmente un disolvente,
- 30 B. La deposición de la mezcla sobre un sustrato no conductor y
- C. La etapa de curado.

**[0043]** Preferentemente, en la etapa B), la mezcla se realiza de la siguiente manera:

- 35 i. La mezcla de óxido de grafeno reducido que tiene un área superficial inferior a  $300 \text{ m}^2 \cdot \text{gr}^{-1}$  y un polímero base termoendurecible y opcionalmente un disolvente,
- ii. La adición de un agente de curado,
- iii. El mezclado de la mezcla obtenida en la etapa B),

40 **[0044]** Preferentemente, en la etapa A), el disolvente se elige entre otros: xileno, n-butanol, etilbenceno, nafta, acetato de n-butilo, tolueno, hidrocarburos cíclicos, isopropanol y alcohol bencílico o una mezcla de los mismos.

**[0045]** Preferentemente, en la etapa A), el monómero termoendurecible se elige entre: resina epoxi, éster, uretano, urea/poliuretano, caucho vulcanizado, urea-formaldehído, resina de melamina, benzoxazinas, imidas, bismaleimidias, ésteres de cianato, cianuratos, furano, resinas de silicona, tiolita y resinas de éster vinílico o una mezcla de los mismos.

50 **[0046]** Ventajosamente, en la etapa A), el agente de curado se elige de entre: poliamida, fenoles, aminas e isocianato de poliadición o una mezcla de los mismos.

**[0047]** Preferentemente, en la etapa B), la deposición del recubrimiento se realiza mediante recubrimiento por centrifugación, recubrimiento por pulverización, recubrimiento por inmersión, recubrimiento de película, recubrimiento de bobina, recubrimiento con brocha o recubrimiento con espátula.

55 **[0048]** Preferentemente, en la etapa C), la etapa de curado se realiza secando a temperatura ambiente.

**[0049]** El tercer objeto de la presente invención es un procedimiento para detectar una fuga con el sustrato no conductor recubierto al menos parcialmente según la presente invención que comprende las siguientes etapas sucesivas:

- 60 a) La aplicación de una tensión eléctrica al sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente utilizando un sistema electrónico,
- b) La detección de una fuga cuando el circuito eléctrico se forma en el sustrato no conductor que está al menos parcialmente recubierto.

65

**[0050]** Sin querer limitarse a ninguna teoría, se cree que, como se ilustra en las Figuras 3a y 3b, cuando el sustrato no conductor recubierto detecta una fuga, se forma un circuito eléctrico. De hecho, parece que inicialmente, el sustrato no conductor 1 recubierto con la pintura 2 forma un circuito eléctrico abierto incluso con la aplicación de un voltaje eléctrico aplicado por una fuente de voltaje 3. El sustrato no conductor recubierto se deposita, por ejemplo, sobre los residuos mineros 4. Cuando hay una fuga 5, un fluido conductor (por ejemplo, agua) entra en contacto con la pintura 2 presente en el sustrato no conductor 1 y cierra el circuito. A continuación, un emisor 6 indica la fuga.

**[0051]** Preferentemente, en la etapa I), el sistema electrónico comprende un sistema de suministro de energía y un emisor capaz de indicar la fuga. Por ejemplo, el sistema de suministro de energía es una batería. Preferentemente, el emisor es una luz. Preferentemente, en la etapa II), la luz es un diodo emisor de luz (LED). En este caso, cuando el circuito eléctrico se cierra a medida que se forma la fuga, el sistema electrónico enciende el LED. Alternativamente, el emisor es un ordenador capaz de indicar la fuga mostrando un mapa con el área afectada por la fuga.

**[0052]** El cuarto objeto de la presente invención es un procedimiento para detectar una deformación por tensión con el sustrato no conductor recubierto al menos parcialmente según la presente invención que comprende las siguientes etapas sucesivas:

1. La aplicación de una tensión eléctrica al sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente utilizando un sistema electrónico,
2. La medición de la variación de la resistencia eléctrica del sustrato no conductor está recubierta al menos parcialmente.

**[0053]** Sin querer limitarse a ninguna teoría, se cree que en la pintura, las nanopartículas de óxido de grafeno reducidas forman una red conductora. Cuando el material se somete a una tensión, la geometría interna de la red, que es más fuerte que la termoendurecible, cambia de manera importante. La consecuencia es un cambio en la resistencia eléctrica de la pintura.

**[0054]** En este caso, preferentemente, el factor de calibre, que es la relación de cambio relativo en la resistencia eléctrica a la tensión mecánica  $\epsilon$ , es superior a 5.

**[0055]** Preferentemente, en la etapa 1), el sistema electrónico comprende un sistema de suministro de energía. Preferentemente, es una batería.

**[0056]** Finalmente, el último objeto de la presente invención es el uso de un sustrato no conductor que está al menos parcialmente recubierto según la presente invención para detectar fugas o deformación por tensión.

**[0057]** Ahora, la invención se explicará en ensayos realizados únicamente con fines informativos. Los mismos, no son limitantes.

**Ejemplos:**

Ejemplo 1: prueba de conductividad:

**[0058]** Se mezclaron diferentes nanopartículas con una resina epoxídica que tenía una distribución de masa molar entre 700 y 1200, resina epoxídica de bisfenol A-(epiclorhidrina) que tenía una distribución de masa molar inferior o igual a 700 y xileno. La mezcla se mezcló y dispersó utilizando un dispositivo llamado DISPERMAT. A continuación, se añadió un agente de curado que comprendía poliamida a la mezcla antes de mezclarla. La mezcla se depositó sobre un sustrato de poli(metacrilato de metilo) (PMMA).

**[0059]** A continuación, se aplicó una tensión eléctrica (10 V) en todos los ensayos utilizando un sistema electrónico que incluía una batería. Se determinó la resistencia eléctrica. El área de superficie se midió mediante Brunauer-Emmett-Teller (BET). Se calculó la conductividad de todos los ensayos.

**[0060]** Los resultados están en la siguiente Tabla 1:

Ensayos	Nanopartículas				Concentración de nanopartículas en la pintura (% en peso)	Resistencia de la lámina ( $\Omega$ /sq)	Conductividad mínima (S/m)
	Naturaleza	Contenido de oxígeno (% en peso)	Tamaño lateral ( $\mu$ m)	Área de superficie ( $m^2$ /g)			
1*	Óxido de grafeno reducido (rGO)	Entre 2 y 2,5	Aprox. 70	287	0,5	$2,7 \times 10^6$	$3,7 \times 10^{-3}$
2*	rGO	Entre 2 y 2,5	Aprox. 70	287	0,75	$6,7 \times 10^4$	$1,5 \times 10^{-1}$
3*	rGO	Entre 2 y 8	Aprox. 70	287	0,5	$3,6 \times 10^8$	$2,8 \times 10^{-5}$
4*	rGO	Entre 2 y 10	Aprox. 30	287	0,6	$4,8 \times 10^{10}$	$2,1 \times 10^{-7}$
5	grafeno	< 2	> 5	-	0,5	$> 10^{12}$	$< 1 \times 10^{-8}$
6	grafeno	< 2	> 5	-	0,75	$> 10^{12}$	$< 1 \times 10^{-8}$

\*: según la presente invención.

**[0061]** Los Ensayos 1 a 4 muestran una alta conductividad y, por lo tanto, una alta sensibilidad para detectar fugas y deformación por deformación en comparación con los Ensayos 5 y 6.

5 Ejemplo 2: prueba de detección de fugas

**[0062]** Se mezclaron nanoplaquetas de óxido de grafeno reducido que tenían del 1 al 5 % en peso de oxígeno y un tamaño lateral de alrededor de 20  $\mu$ m con resina epoxídica que tenía una distribución de masa molar entre 700 y 1200, resina epoxídica de bisfenol A-(epiclorhidrina) que tenía una distribución de masa molar inferior o igual a 700 y xileno. Se añadió un disolvente que comprendía xileno, n-butanol, etilbenceno y nafta. La mezcla se mezcló y dispersó utilizando un dispositivo llamado DISPERMAT. A continuación, se añadió un agente de curado que comprendía poliamida a la mezcla antes de mezclarla. La mezcla se depositó sobre un geotextil no tejido hecho de tereftalato de polietileno (PET). A continuación, se realizó un secado a temperatura ambiente.

15 **[0063]** El geotextil recubierto se perforó para crear un pequeño orificio y a continuación se colocó entre dos capas de residuos mineros. Un sistema electrónico, que comprende una batería y LED, se conectó a los geotextiles recubiertos. Se vertió agua en la parte superior de los desechos mineros. Cuando el agua fluye a través del orificio en el geotextil recubierto, se forma el circuito eléctrico y los LED se encienden.

20 **[0064]** La misma prueba se realizó depositando tiras de pintura para formar una alternancia de pintura en el geotextil. Cuando el agua entró en contacto con el geotextil recubierto, los LED que se encendieron fueron los más cercanos al geotextil en contacto con el agua. Por lo tanto, si el geotextil es ancho (es decir, cientos de metros), es posible ver rápidamente dónde se produjo la fuga de agua gracias a la correlación entre la posición y los LED que brillan.

25 Ejemplo 3: Prueba de deformación por tensión

**[0065]** Se mezclaron diferentes nanopartículas con una resina epoxídica que tenía una distribución de masa molar entre 700 y 1200, resina epoxídica de bisfenol A-(epiclorhidrina) que tenía una distribución de masa molar inferior o igual a 700 y xileno. La mezcla se mezcló y dispersó utilizando un dispositivo llamado DISPERMAT. A continuación, se añadió un agente de curado que comprendía poliamida a la mezcla antes de mezclarla. La mezcla se depositó sobre un sustrato de poli(metacrilato de metilo) (PMMA).

35 **[0066]** A continuación, se aplicó una carga de tracción en todos los Ensayos y se determinó el factor de calibre, que es la relación entre el cambio relativo en la resistencia eléctrica y las tensiones mecánicas. El área de superficie se midió mediante Brunauer-Emmett-Teller (BET). En comparación, se añadió una sensibilidad de medidor extensiométrico convencional hecha de constantan®.

**[0067]** Los resultados están en la siguiente Tabla 2:

ES 2 991 452 T3

Ensayos	Nanopartículas				Concentración de nanopartículas en la pintura (% en peso)	Tensión (%)	Factor del medidor
	Naturaleza	Contenido de oxígeno (% en peso)	Tamaño lateral (µm)	Área de superficie (m <sup>2</sup> /g)			
7*	rGO	Entre 2 y 2,5	Aprox. 70	287	0,6	0,2	8
8*	rGO	Entre 2 y 2,5	Aprox. 70	287	0,6	0,4	27
9*	rGO	Entre 2 y 2,5	Aprox. 70	287	0,6	0,6	27
10*	rGO	Entre 2 y 2,5	Aprox. 70	287	0,6	0,8	30
12	medidor extensiométrico convencional	-	-	-	-	0,2	2
13	medidor extensiométrico convencional	-	-	-	-	0,4	2
14	medidor extensiométrico convencional	-	-	-	-	0,6	2
15	medidor extensiométrico convencional	-	-	-	-	0,8	2

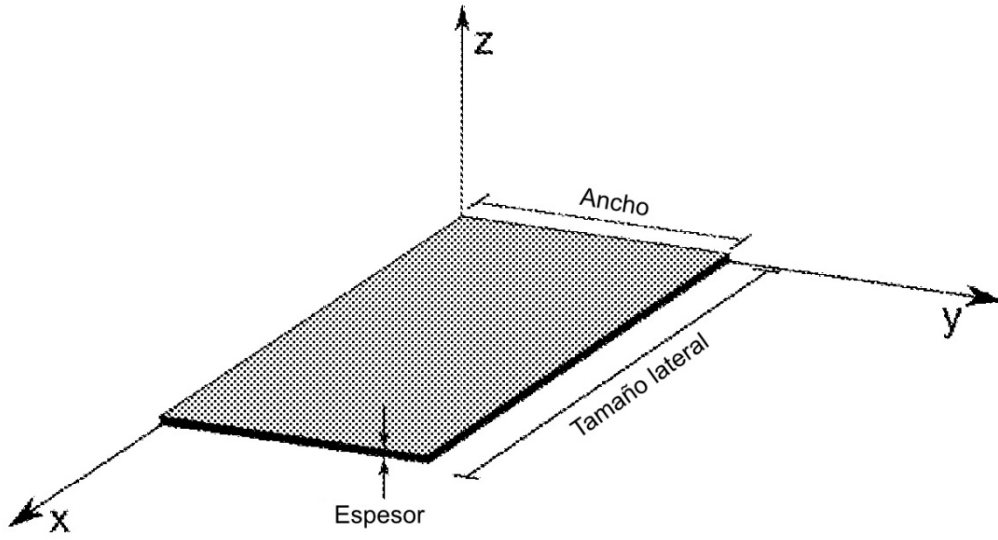
\*: según la presente invención.

**[0068]** Los ensayos 7 a 10 muestran un alto factor de medición y, por lo tanto, una alta sensibilidad para detectar la deformación por tensión en comparación con el medidor de tensión convencional.

**REIVINDICACIONES**

1. Un sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente en al menos un lado con una pintura que comprende óxido de grafeno reducido que tiene un área de superficie inferior a  $300 \text{ m}^2 \cdot \text{gr}^{-1}$  y al menos un polímero termoendurecible, estando el sustrato no conductor recubierto directamente por la pintura.
2. Un sustrato no conductor según la reivindicación 1, donde el tamaño lateral del óxido de grafeno reducido está entre 1 y  $80 \text{ }\mu\text{m}$ .
3. Un sustrato no conductor según las reivindicaciones 1 o 2, donde el porcentaje en peso de oxígeno en el óxido de grafeno reducido está entre el 2 y el 20 %.
4. Un sustrato no conductor según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la concentración del óxido de grafeno reducido en la pintura está comprendida entre el 0,05 y el 10 % en peso.
5. Un sustrato no conductor según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el polímero termoendurecible se elige de entre: resina epoxi, resina de poliéster, poliuretanos, poliurea/poliuretano, caucho vulcanizado, urea-formal-dehído, resina de melamina, benzoxazinas, poliimidias, bismaleimidias, ésteres de cianato, policianuratos, furano, resinas de silicona, resinas de tioletilo y éster vinílico o una mezcla de los mismos.
6. Un sustrato no conductor según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde el sustrato no conductor es un sustrato textil o plástico.
7. Un sustrato no conductor según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, donde el sustrato no conductor está recubierto con tiras de pintura para formar una alternancia entre el sustrato no conductor pintado y el sustrato no conductor no pintado.
8. Un procedimiento para la fabricación del sustrato no conductor según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende las siguientes etapas:
  - A. La mezcla de óxido de grafeno reducido que tiene una superficie inferior a  $300 \text{ m}^2 \cdot \text{gr}^{-1}$ , un monómero termoendurecible, un agente de curado y opcionalmente un disolvente,
  - B. La deposición de la mezcla sobre un sustrato no conductor y
  - C. La etapa de curado.
9. Un procedimiento según la reivindicación 8, donde en la etapa A), el disolvente se elige entre otros de entre: xileno, n-butanol, etilbenceno, nafta o una mezcla de los mismos.
10. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 8 o 9, donde, en la etapa A), el agente de curado se elige de entre: poliamida, poliamida, fenoles, aminas e isocianato de poliadición o una mezcla de los mismos.
11. Un procedimiento para detectar una fuga con el sustrato no conductor según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 u obtenible según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, que comprende las siguientes etapas sucesivas:
  - a) La aplicación de voltaje eléctrico al sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente utilizando un sistema electrónico,
  - b) La detección de una fuga cuando el circuito eléctrico se forma en el sustrato no conductor que está al menos parcialmente recubierto.
12. Un procedimiento según la reivindicación 11, donde, en la etapa I), el sistema electrónico comprende un sistema de suministro de energía y un emisor capaz de indicar la fuga.
13. Un procedimiento para detectar una deformación por tensión con el sustrato no conductor según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 u obtenible según cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, que comprende las siguientes etapas sucesivas:
  1. La aplicación de una tensión eléctrica al sustrato no conductor que está recubierto al menos parcialmente utilizando un sistema electrónico,
  2. La medición de la variación de la resistencia eléctrica después de que las deformaciones del sustrato no conductor estén al menos parcialmente recubiertas.
14. Un procedimiento según la reivindicación 13, donde, en la etapa 1), el sistema electrónico comprende una batería y un sistema de suministro de energía.

**Figura 1**



**Figura 2**

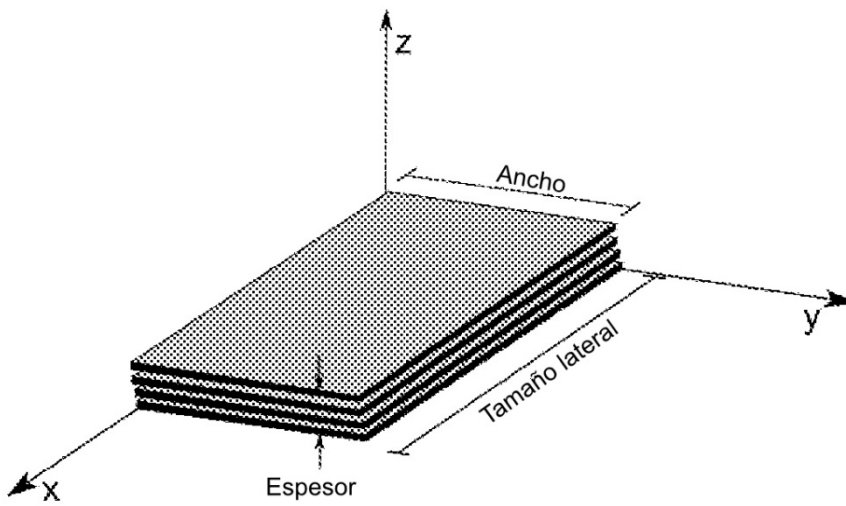


Figura 3a

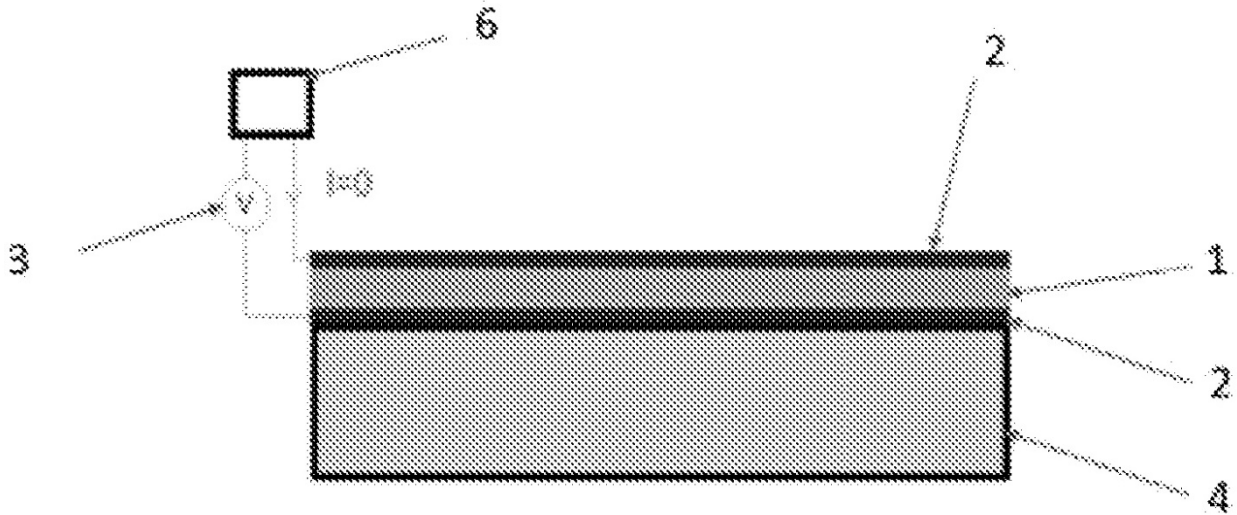


Figura 3b

