(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 359 889**

(51) Int. Cl.:
C01G 23/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Número de solicitud europea: **02773021 .7**
(96) Fecha de presentación : **28.10.2002**
(97) Número de publicación de la solicitud: **1440940**
(97) Fecha de publicación de la solicitud: **28.07.2004**

(54) Título: **Titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita, método para la preparación del mismo y material de rozamiento.**

(30) Prioridad: **29.10.2001 JP 2001-331121**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.05.2011

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.05.2011

(73) Titular/es:
OTSUKA CHEMICAL COMPANY, LIMITED
2-27, Otedori 3-chome
Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 540-0021, JP

(72) Inventor/es: **Ogawa, Hiroshi;**
Itoi, Nobuki y
Inada, Kousuke

(74) Agente: **García-Cabrerizo y del Santo, Pedro María**

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).

Venta de fascículos: Oficina Española de Patentes y Marcas. Pº de la Castellana, 75 – 28071 Madrid

DESCRIPCIÓN

Titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita, método para la preparación del mismo y material de rozamiento

CAMPO TÉCNICO

Esta invención se refiere a titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita, a un método para fabricarlo y a un material de rozamiento.

TÉCNICA ANTECEDENTE

Los materiales de rozamiento como se han usado hasta el momento para formar miembros de frenado utilizan amianto en forma dispersada en e integrado por aglutinantes orgánicos o inorgánicos. Sin embargo, estos muestran una resistencia al calor y propiedades de desgaste por rozamiento insuficientes, por ejemplo, el coeficiente de rozamiento y la resistencia al desgaste, que tienden a bajar en el intervalo de alta temperatura, dando como resultado una mayor aparición de un fenómeno de disminución de la capacidad de frenado debida al calentamiento, cuando se realiza el frenado. Cuando se realiza el frenado, el contacto de dichos materiales de rozamiento con un disco de freno a alta velocidad provoca la frecuente aparición de ruido de frenado. Además, el amianto es una sustancia cancerígena conocida y se transforma fácilmente en polvo. En vista del problema higiénico del entorno de que los trabajadores pueden inhalar amianto durante el manejo, el uso de amianto se ha auto-restringido cada vez más. En estas circunstancias, se ha demandado con fuerza el desarrollo de sustitutos del amianto.

En respuesta a dichas demandas, se han propuesto materiales de rozamiento que usan fibras de titanato de potasio no carcinogénicas como agente de control del rozamiento y han conseguido un uso muy extendido para su incorporación principalmente en pastillas de freno de automóviles. Los materiales de rozamiento que contienen fibras de titanato de potasio muestran propiedades de deslizamiento superiores y buen efecto de frenado. Sin embargo, causan poco daño a los discos de freno, lo que es una my favorable ventaja de los mismos. Sin embargo, padecen una insuficiente resistencia al desgaste, particularmente en el intervalo de alta temperatura, y un grado de desgaste ligeramente más rápido. Además, todavía no ha ofrecido una solución suficiente al ruido de frenado desarrollado en dispositivos de frenado. Además, las fibras de titanato de potasio, debido a su forma porosa, son voluminosas y de mala fluidez, lo que conduce a una tendencia a depositarse sobre una pared de un conducto de alimentación y bloquear el conducto durante la fabricación de materiales de rozamiento, lo que ha supuesto un problema.

La Patente Japonesa con Nº de Registro 3027577 describe la utilidad de titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita como agente de control del rozamiento para materiales de rozamiento. Dichos materiales de rozamiento muestran propiedades de desgaste por rozamiento estables en los intervalos de baja a alta temperatura.

El documento JP 2000344520 A se refiere a una producción de un titanato en forma de copos. En particular, describe un titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita que tiene una composición representada por la fórmula $K_{0,8}Li_{0,2}7Ti_{1,73}O_4$.

El documento EP 1 170 257 se refiere a un octatitanato de potasio laminar que tiene un diámetro mayor medio de 1-100 μm y una relación de aspecto de 3-500 que puede obtenerse sometiendo a titanato de magnesio o de litio y de potasio a un tratamiento ácido para preparar de este modo titanato laminar, sumergiendo el titanato laminar en una solución de hidróxido de potasio y a continuación sometiéndolo a calcinación.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

Es un objeto de la presente invención proporcionar un nuevo titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita útil como agente de control del rozamiento, un método para fabricarlo y un material de rozamiento que lo contiene.

El titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita de la presente invención (en lo sucesivo en este documento abreviado como KTLO a menos que se especifique particularmente otra cosa) se representa mediante la fórmula $K_{0,5-0,7}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,85-3,95}$.

El KTLO de la presente invención tiene preferentemente una media aritmética de diámetros mayor y menor en el intervalo de 0,1 - 100 μm, una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor de 1 a menos de 10 y un grosor en el intervalo de 50 - 5.000 nm, y existe en forma de copos.

El KTLO de la presente invención tiene una estructura en capas y muestra propiedades de resistencia al calor y desgaste por rozamiento estables independientemente de la temperatura. Además, dado que no existe en forma fibrosa, a diferencia de las fibras de titanato de potasio, es muy improbable que bloquee un conducto de alimentación durante la fabricación y empeore un entorno de trabajo debido a la presencia de fibras respirables.

El método de fabricación de la presente invención puede fabricar el KTLO de la presente invención y se caracteriza por incluir las etapas de añadir un ácido a una suspensión acuosa de titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita que tiene una composición representada por la fórmula $K_{0,8}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_4$ mientras se ajusta la suspensión a un pH de 6 - 8, separar los sólidos de la suspensión y a continuación calcinar los sólidos.

El material de rozamiento de la presente invención se caracteriza por contener el KTLO de la presente invención como un agente de control del rozamiento. El material de rozamiento de la presente invención contiene el KTLO de la presente invención como el agente de control del rozamiento y es, por lo tanto, capaz de mostrar propiedades de desgaste por rozamiento extremadamente estables (tales como resistencia al rozamiento y coeficientes de rozamiento) en los intervalos de baja a alta temperatura. Sus propiedades de desgaste por rozamiento se mantienen extremadamente estables incluso durante un uso de larga duración durante varias decenas de horas.

Por consiguiente, el uso del material de rozamiento de esta invención para miembros de frenado, por ejemplo,

guarniciones de embrague, cintas de freno y pastillas de disco incorporadas en dispositivos de frenado como los de automóviles, vehículos ferroviarios, aeronaves y aparatos industriales, no solamente mejora y estabiliza sus funciones de frenado sino que también prolonga sus vidas útiles.

La razón por la cual los materiales de rozamiento de la presente invención proporcionan dichos resultados superiores no está clara, pero se atribuye presumiblemente a la diferencia estructural entre el KTLO de la presente invención y el titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita de la técnica anterior (en lo sucesivo en este documento abreviado como KTLO-a a menos que se especifique particularmente otra cosa) representado por la composición $K_{0,8}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_4$.

El titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita (KTLO) de la presente invención tiene generalmente una composición representada por la fórmula:

$$K_{0,5\text{-}0,7}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,85\text{-}3,95} \quad (1)$$

y tiene un contenido de potasio en el intervalo de 0,5 - 0,7 moles.

El KTLO de la presente invención tiene una estructura en capas ortorrómbica y generalmente tiene una forma de copos o similar a una lámina, similar a la mica, pedazos pulverizados de conchas y similares.

Una media aritmética de diámetros mayor y menor ((diámetro mayor + diámetro menor)/2), una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor (diámetro mayor/diámetro menor) y un grosor medio para el KTLO de la presente invención se extienden en un amplio intervalo de valores y pueden seleccionarse adecuadamente dependiendo del uso final contemplado. Para otorgar una resistencia al calor y propiedades de deslizamiento satisfactorias a los materiales de rozamiento que contienen el KTLO como agente de control del rozamiento, puede usarse un KTLO que tiene una media aritmética de diámetros mayor y menor generalmente en el intervalo aproximado de 0,1 - 100 μm, preferentemente en el intervalo aproximado de 1 - 30 μm, una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor de 1 a menos de 10, preferentemente de 1 a menos de 5, y un grosor generalmente en el intervalo de 50 - 5.000 nm, preferentemente en el intervalo de 200 - 2.000 nm. Estos valores se determinan mediante un microscopio electrónico. El KTLO particularmente preferido tiene una media aritmética de diámetros mayor y menor generalmente en el intervalo aproximado de 0,1 - 100 μm, una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor de 1 a menos de 10 y un grosor generalmente en el intervalo de 50 - 5.000 nm, y existe en forma de copos.

El KTLO de la presente invención puede fabricarse, por ejemplo, añadiendo un ácido a una suspensión acuosa de KTLO-a, mezclándolos, separando los sólidos de la suspensión y calcinando los sólidos.

El KTLO-a puede obtenerse, por ejemplo, mezclando fuentes de titanio, potasio y litio, añadiendo un fundente y, posteriormente a un mezclado minucioso, calcinando la mezcla a una temperatura de 1.000 - 1.100ºC durante un periodo de 1 - 8 horas.

La fuente de titanio puede seleccionarse opcionalmente entre compuestos que contienen óxido de titanio, cuyos ejemplos específicos incluyen óxido de titanio, mena de rutilo, torta húmeda de hidróxido de titanio, óxidos de titanio que contienen agua y similares. Dichas fuentes de titanio pueden usarse en solitario o en combinación. La fuente de potasio puede seleccionarse entre compuestos que producen óxido de potasio cuando se exponen al calor, cuyos ejemplos específicos incluyen óxido de potasio, carbonato de potasio, hidróxido de potasio, nitrato de potasio y similares. Dichas fuentes de potasio pueden usarse en solitario o en cualquier combinación. Además, la fuente de potasio puede usarse en combinación con una pequeña cantidad de uno o más óxidos, carbonatos, hidróxidos y nitratos de cualquier otro metal alcalino. Los ejemplos de fuentes de litio incluyen hidróxido de litio, carbonato de litio, fluoruro de litio y similares. Dichas fuentes de litio pueden usarse en solitario o en combinación.

Las fuentes de titanio, potasio y litio se mezclan a la proporción estándar de Ti:K:Li = 1,73:0,8:0,27 (proporción molar), permitiendo que cada uno se desvíe aproximadamente un 5%. Sin embargo, una gran desviación de la proporción especificada a menudo da como resultado el desfavorable depósito de productos secundarios, Li_2TiO_3 y/o $K_2Ti_6O_{13}$ que no son similares a una lámina.

Los ejemplos de fundentes incluyen cloruro de potasio, fluoruro de potasio, molibdenato de potasio, tungstenato de potasio y similares. Entre estos fundentes, se prefiere particularmente el cloruro de potasio. El fundente se añade a la materia prima a la proporción molar (materia prima:fundente) de 3:1 - 3:15, preferentemente 3:3,5 - 3:10. Cargas más bajas del fundente proporcionan una mayor ventaja económica. Sin embargo, si la carga de fundente es excesivamente baja, puede producirse el desfavorable colapso de un cristal similar a una lámina.

La calcinación puede conseguirse usando una técnica opcional tal como un horno eléctrico, horno de mufla o similares. En la producción en masa, puede usarse preferentemente un horno de túnel para calcinar la materia prima prensada previamente en una forma similar a un ladrillo o cilíndrica. Preferentemente, la calcinación se realiza a una temperatura entre 1.000 - 1.200ºC durante un periodo de retención de 1 - 24 horas. La temperatura puede elevarse o rebajarse a cualquier velocidad, pero generalmente preferentemente a 3 - 7ºC/minuto. Las temperaturas de calcinación más altas dan como resultado productos similares a una lámina de mayor escala. Sin embargo, si supera los 1.100ºC, la forma del producto puede estar alterada debido a la fusión, lo que es un resultado desfavorable. El periodo de retención más largo aumenta el tamaño de las partículas resultantes. Después de la calcinación, el producto puede disgregarse en húmedo. Específicamente, puede machacarse y triturarse usando una machacadora de mandíbulas, un molino de tolva y similares, dispersarse en agua y agitarse en forma de una suspensión al 5 - 10% en peso. En caso necesario, esta suspensión puede someterse adicionalmente a una secuencia de clasificación, filtrado y secado para obtener un titanato de litio y de potasio similar a una lámina.

La concentración de la suspensión acuosa de KTLO-a no se especifica particularmente y puede seleccionarse adecuadamente entre un amplio intervalo. En vista de la facilidad de trabajo, la suspensión acuosa puede mantenerse a una concentración de aproximadamente el 1 - 30% en peso, preferentemente de aproximadamente el

2 - 15% en peso.

El ácido usado no es de un tipo particularmente especificado y puede seleccionarse entre ácidos conocidos, cuyos ejemplos incluyen ácidos inorgánicos tales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y ácido nítrico; ácidos orgánicos tales como ácido acético; y similares. Dichos ácidos pueden usarse en combinación, en caso necesario. El ácido puede añadirse a la suspensión acuosa en la cantidad eficaz para mantener a la suspensión acuosa a un pH de 6 - 8, preferentemente a un pH de 6,5 - 7,5. La medición del pH de la suspensión acuosa se realiza después de la adición del ácido y después de aproximadamente 1 - 5 horas de agitación. El ácido se usa generalmente en forma de una solución acuosa. La concentración de la solución de ácido acuosa no está especificada particularmente y puede seleccionarse adecuadamente entre un amplio intervalo. Puede mantenerse generalmente en el intervalo aproximado del 1 - 80% en peso.

Después de haber ajustado el pH de la suspensión acuosa para que esté dentro del intervalo especificado anteriormente, los sólidos presentes en su interior se separan mediante un medio de separación convencional tal como filtrado, centrifugado o similares. Los sólidos separados pueden lavarse con agua, en caso necesario.

A continuación se calcinan los sólidos. Generalmente, la calcinación se realiza a una temperatura de aproximadamente 400 - 700ºC y se completa después de aproximadamente 1 - 12 horas. Después de la calcinación, el polvo resultante puede pulverizarse o pasarse a través de de un tamiz para disgregarlo.

El procedimiento descrito anteriormente da como resultado la obtención del KTLO de la presente invención. La presente invención también proporciona un material de rozamiento que contiene KTLO como agente de control del rozamiento. El material de rozamiento de la presente invención contiene un aglutinante y un agente de control del rozamiento como componentes esenciales.

Puede usarse cualquier aglutinante que se usa convencionalmente en el campo del material de rozamiento. Los ejemplos de aglutinantes incluyen aglutinantes orgánicos y aglutinantes inorgánicos. Los ejemplos de aglutinantes orgánicos incluyen resinas termoestables tales como una resina de fenol, resina de formaldehído, resina de melamina, resina epoxi, resina acrílica, resina de poliéster aromática y resina de urea; elastómeros tales como una goma natural, goma de nitrilo, goma de butadieno, goma de estireno butadieno, goma de cloropreno, goma de poliestireno, goma acrílica, goma con alto contenido de estireno y copolímero de estireno propileno dieno; resinas termoplásticas tales como una resina de poliamida, resina de sulfuro de polifenileno, resina de poliéter, resina de poliimida, resina de poliéter éter cetona y resina de poliéster de cristal líquido termoplástico; y similares. Los ejemplos de aglutinantes inorgánicos incluyen un sol (*coloide*) de alúmina, sol de sílice, resinas de silicona y similares. Los aglutinantes mencionados anteriormente pueden usarse en solitario o en cualquier combinación, si son compatibles.

Como agente de control del rozamiento se usa el KTLO de la presente invención, según se representa mediante la fórmula especificada anteriormente (1).

El material de rozamiento de la presente invención puede contener además una sustancia fibrosa. Cualquier sustancia fibrosa que se ha usado convencionalmente en la técnica es aplicable. Los ejemplos de sustancias fibrosas incluyen fibras de resina tales como fibra aramida, fibras metálicas tales como fibras de acero y de latón, fibras de carbono, fibras de vidrio, fibras de cerámica, lana de roca, pasta de madera y similares. Estas sustancias fibrosas pueden usarse en solitario o en combinación. Además, estas sustancias fibrosas pueden someterse a un tratamiento en superficie usando un agente de acoplamiento de silano tal como un agente de acoplamiento de aminosilano, epoxisilano o vinilsilano, un agente de acoplamiento de titanato, éster de fosfato o similares, para fines tales como mejorar sus propiedades de dispersión y adhesión a los aglutinantes.

El material de rozamiento de la presente invención también puede contener un agente de control del rozamiento usado convencionalmente en la técnica, dentro del intervalo que no altera las propiedades favorecidas del material de rozamiento, cuyos ejemplos incluyen polvos orgánicos tales como polvos de goma natural o sintética, vulcanizados o sin vulcanizar, polvos de resina de nuez de anacardo, polvos de resina y polvos de goma; polvos inorgánicos tales como negro de humo, polvo de grafito, disulfuro de molibdeno, sulfato de bario, carbonato de calcio, arcilla, mica, talco, diatomita, antigorita, sepiolita, montmorillonita, zeolita, trititanato de sodio, hexatitanato de sodio, hexatitanato de potasio y octatitanato de potasio; polvos de metales tales como cobre, aluminio, zinc y hierro; polvos de óxidos tales como alúmina, sílice, óxido de cromo, óxido de titanio y óxido de hierro; y similares. Estos agentes de control del rozamiento convencionales pueden usarse en solitario o en cualquier combinación de los mismos.

El material de rozamiento de la presente invención puede contener adicionalmente uno o más de un agente de prevención de la oxidación, un lubricante y un abrasivo.

Los componentes del material de rozamiento de la presente invención pueden mezclarse en las proporciones que pueden seleccionarse adecuadamente entre un amplio intervalo dependiendo de diversas condiciones incluyendo los tipos de aglutinante, sustancia fibrosa opcional, agente de control del rozamiento convencional y otros aditivos usados, las propiedades de deslizamiento y mecánicas buscadas para los materiales de rozamiento resultantes, los usos finales contemplados y similares. Generalmente, el material de rozamiento puede contener el 5 - 60% en peso (preferentemente el 10 - 40% en peso) de un aglutinante, el 1 - 80% en peso (preferentemente el 3 - 50% en peso) de un agente de control del rozamiento (incluyendo un agente de control del rozamiento convencional), hasta el 60% en peso (preferentemente el 1 - 40% en peso) de una sustancia fibrosa y hasta el 60% en peso de otros aditivos, en base a la cantidad total del material de rozamiento.

El material de rozamiento preferido contiene la sustancia fibrosa, junto con el aglutinante y el agente de control del rozamiento, como componentes esenciales.

El material de rozamiento de la presente invención puede fabricarse mediante diversas técnicas conocidas en la técnica por ser útiles para la fabricación de materiales de rozamiento. Para ilustrar una técnica, una sustancia fibrosa, en caso necesario, se dispersa en un aglutinante, un agente de control del rozamiento y otros componentes opcionales se añaden posteriormente al aglutinante, en forma de mezcla o por separado, y la mezcla resultante se coloca en un molde donde se integra mediante aplicación de calor y presión.

Como alternativa, puede usarse una técnica mediante la cual el aglutinante se amasa en estado fundido en una extrusora de doble tornillo en la cual el agente de control del rozamiento, la sustancia fibrosa opcional y otros componentes, en forma de una mezcla o por separado, se introducen a través de una tolva y el extrudato resultante se maquina en la forma deseada.

También como alterativa, puede usarse una técnica mediante la cual la sustancia fibrosa, en caso necesario, se dispersa en el aglutinante al cual el agente de control del rozamiento y otros componentes opcionales se añaden posteriormente para formar una mezcla, la mezcla se dispersa tal como en agua y se deposita húmeda sobre una red y a continuación se deshidrata para dar una lámina, la lámina se prensa y se calienta para integración mediante una máquina de prensado, y el producto resultante se corta y se pule apropiadamente en una forma deseada.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

La figura 1 es un gráfico que muestra una relación entre una temperatura de la pastilla de disco y un grado de desgaste para las pastillas de disco A - E;

La figura 2 es un gráfico que muestra una relación entre una temperatura de la pastilla de disco y un coeficiente de rozamiento para las pastillas de disco A - D.

MEJORES MODOS DE REALIZAR LA INVENCIÓN

Los siguientes Ejemplos, Ejemplos Comparativos y Ejemplos de Ensayo ilustran específicamente la presente invención. En los Ejemplos, “partes” y “%” significan “partes en peso” y “% en peso”, respectivamente.

EJEMPLO 1

(1) Síntesis de KTLO-a

Se mezclaron 67,01 kg de óxido de titanio, 26,78 kg de carbonato de potasio, 12,04 kg de cloruro de potasio, 5,08 kg de hidróxido de litio y 10 litros adicionales de agua como aglutinante. La mezcla se prensó a una presión de 14,7 MPa en una forma de bloque mediante una máquina de hidroprensado (fabricada por Yamamoto Tekkosho, Co., Ltd.). Este bloque se calcinó a 1.050ºC durante 1 hora en un horno eléctrico (fabricado por Advantech Toyo Co., Ltd.) y a continuación se enfrió gradualmente. El producto calcinado se pulverizó para obtener un polvo blanco con una media aritmética de diámetros mayor y menor de 22 μm, un grosor medio de 2 μm y una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor de 3. Se descubrió que el diagrama de difracción de rayos X del polvo blanco correspondía al que se da en la tarjeta ICDD Nº 25-1353 ($K_xLi_xTi_{2-0,5x}O_8$). También se identificó que el polvo tenía una composición de $K_{0,8}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_4$ mediante análisis por ICP-AES (*espectroscopía de emisión atómica por plasma acoplado inductivamente*).

(2) Síntesis de KTLO ($K_{0,6}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,9}$) de la presente invención

El KTLO-a obtenido anteriormente se usó para preparar 79,2 litros de una suspensión acuosa al 10,9% a la que se añadieron posteriormente 4,7 kg de una solución acuosa al 10% de ácido sulfúrico. La suspensión se agitó durante 2 horas y a continuación se ajustó a un pH de 7,0. Esta suspensión acuosa se sometió a un tratamiento mediante un separador centrífugo. La torta resultante (sólidos) se dispersó, se secó a 110ºC durante 5 horas y a continuación se calcinó a 600ºC durante 12 horas en un horno eléctrico. El producto calcinado se enfrió gradualmente y a continuación se hizo pasar a través de un tamiz de malla 20 para obtener un polvo blanco con una media aritmética de diámetros mayor y menor de 22 μm, un grosor medio de 2 μm y una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor de 3. Se identificó que el polvo blanco tenía una composición de $K_{0,6}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,9}$ mediante análisis por ICP-AES. Es evidente, por lo tanto, que el KTLO de la presente invención es un compuesto claramente distinto del KTLO-a.

(3) Síntesis de KTLO ($K_{0,5}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,85}$) de la presente invención

El KTLO-a obtenido anteriormente se usó para preparar 79,2 litros de una suspensión acuosa al 10,9% a la cual se añadieron posteriormente 6,3 kg de una solución acuosa al 10% de ácido sulfúrico. La suspensión se agitó durante 2 horas y a continuación se ajustó a un pH de 6,0. Esta suspensión acuosa se sometió a un tratamiento mediante un separador centrífugo. La torta resultante (sólidos) se dispersó, se secó a 110ºC durante 5 horas y a continuación se calcinó a 600ºC durante 12 horas en un horno eléctrico. El producto calcinado se enfrió gradualmente y a continuación se hizo pasar a través de un tamiz de malla 20 para obtener un polvo blanco con una media aritmética de diámetros mayor y menor de 22 μm, un grosor medio de 2 μm y una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor de 3. Se identificó que el polvo blanco tenía una composición de $K_{0,5}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,85}$ mediante análisis por ICP-AES. Es evidente, por lo tanto, que el KTLO de la presente invención es un compuesto claramente distinto del KTLO-a.

(4) Síntesis de KTLO ($K_{0,7}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,95}$) de la presente invención

El KTLO-a obtenido anteriormente se usó para preparar 79,2 litros de una suspensión acuosa al 10,9% a la que posteriormente se añadieron 1,2 kg de una solución acuosa al 10% de ácido sulfúrico. La suspensión se agitó durante 2 horas y a continuación se ajustó a un pH de 8,0. Esta suspensión acuosa se sometió a un tratamiento mediante un separador centrífugo. La torta resultante (sólidos) se dispersó, se secó a 110ºC durante 5 horas y a

continuación se calcinó a 600ºC durante 12 horas en un horno eléctrico. El producto calcinado se enfrió gradualmente y a continuación se hizo pasar a través de un tamiz de malla 20 para obtener un polvo blanco con una media aritmética de diámetros mayor y menor de 22 μm, un grosor medio de 2 μm y una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor de 3. Se identificó que el polvo blanco tenía una composición de $K_{0,7}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,95}$ mediante análisis por ICP-AES. Es evidente, por lo tanto, que el KTLO de la presente invención es un compuesto claramente distinto del KTLO-a.

EJEMPLO 2

Se mezclaron 20 partes del KTLO obtenido en el Ejemplo 1, 10 partes de fibras aramida (nombre del producto: Kevlar Pulp, una longitud media de la fibra de 3 mm), 20 partes de una resina de fenol (aglutinante) y 50 partes de sulfato de bario. La mezcla se preformó a una presión de 29,4 MPa a una temperatura ambiente durante 1 minuto, se integró en un molde a una presión de 14,7 MPa a una temperatura de 170ºC durante 5 minutos y se trató con calor a 180ºC durante 3 horas posteriores. El producto moldeado se retiró del molde y se pulió para fabricar cada pastilla de disco A a C (pieza de ensayo JIS D 4411).

EJEMPLO COMPARATIVO 1

Se siguió el procedimiento del Ejemplo 2 para fabricar una pastilla de disco D, excepto que se usó KTLO-a en lugar de KTLO.

EJEMPLO COMPARATIVO 2

Se siguió el procedimiento del Ejemplo 2 para fabricar una pastilla de disco E, excepto que se usaron 30 partes de fibras de hexatitanato de potasio (que tenían un diámetro de sección de 5 - 10 μm y una relación de aspecto de 5) en lugar de 30 partes de KTLO y fibras aramida.

EJEMPLO DE ENSAYO 1: ENSAYO DE DESGASTE POR ROZAMIENTO

Para las pastillas de disco A a E, se realizó un ensayo de desgaste por rozamiento a un grado constante (superficie del disco de rozamiento: hecha de hierro fundido gris FC 25, presión en superficie: 0,98 MPa, velocidad de rozamiento: 7 m/segundo) de acuerdo con los estándares descritos en el documento JIS D 4411 Automobile Friction Lining para medir un grado de desgaste (cm^3/kgm) y un coeficiente de rozamiento (μ). Los resultados se dan en las figuras 1 y 2.

Los agentes de control del rozamiento contenidos en las pastillas de disco A a E se enumeran a continuación.

Pastilla de Disco A: KTLO ($K_{0,5}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,85}$)
Pastilla de Disco B: KTLO ($K_{0,6}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,9}$)
Pastilla de Disco C: KTLO ($K_{0,7}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,95}$)
Pastilla de Disco D: KTLO-a ($K_{0,8}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_4$)
Pastilla de Disco E: fibra de hexatitanato de potasio ($K_2Ti_6O_{13}$)

Como puede apreciarse a partir de las figuras 1 y 2, las pastillas de disco A a C que usan los KTLO de la presente invención muestran una susceptibilidad al desgaste reducida, es decir, una resistencia al desgaste superior, a una temperatura de 300ºC o más, en comparación con las pastillas de disco D y E. También muestran coeficientes de rozamiento relativamente estabilizados frente a un cambio de temperatura.

UTILIDAD EN LA INDUSTRIA

La presente invención proporciona un nuevo titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita adecuado para su uso como agente de control del rozamiento.

El material de rozamiento de la presente invención contiene titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita de la presente invención como agente de control del rozamiento, para mostrar de este modo propiedades de desgaste por rozamiento extremadamente estables en los intervalos de baja a alta temperatura y para mantener propiedades de desgaste por rozamiento estables durante un uso de larga duración.

REIVINDICACIONES

1. Titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita que tiene una composición representada por la fórmula $K_{0,5-0,7}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,85-3,95}$.

2. El titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por** tener una media aritmética de diámetros mayor y menor de 0,1 - 100 μm, una proporción de un diámetro mayor con respecto al menor de 1 a menos de 10, un grosor medio de 50 - 5.000 nm y forma de copos.

3. Un método de fabricación del titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado por** incluir las etapas de añadir un ácido a una suspensión acuosa de titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita que tiene una composición representada por la fórmula $K_{0,8}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_4$ de modo que la suspensión se ajuste a un pH de 6 - 8, separar los sólidos de la suspensión y calcinar los sólidos.

4. Un material de rozamiento **caracterizado por** contener el 1 - 80% en peso del titanato de litio y de potasio de tipo lepidocrocita de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, como agente de control del rozamiento.

FIG. 1

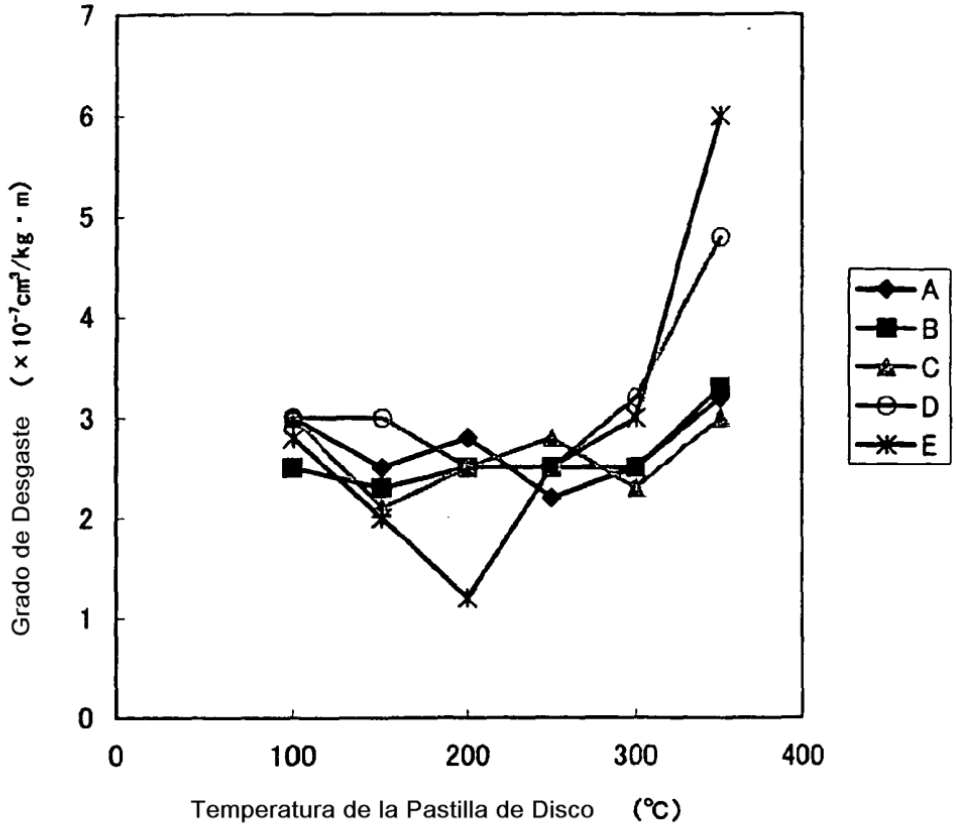
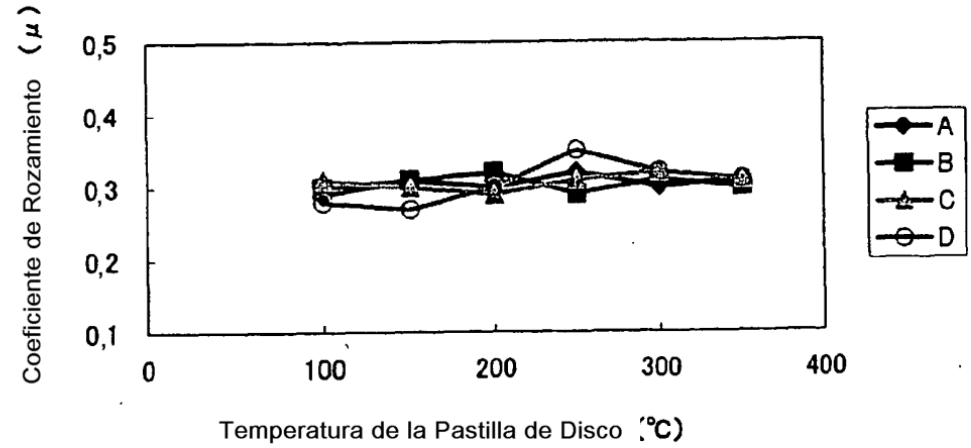

Grado de Desgaste (×10⁻⁷cm³/kg·m)
0
1
2
3
4
5
6
7
0
100
200
300
400
Temperatura de la Pastilla de Disco (℃)
A
B
C
D
E

FIG. 2


Coeficiente de Rozamiento (μ)
0,1
0,2
0,3
0,4
0,5
0
100
200
300
400
Temperatura de la Pastilla de Disco (℃)
A
B
C
D