



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 034**

51 Int. Cl.:

C08K 3/22 (2006.01)

C09K 21/02 (2006.01)

C01F 5/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07012393 .0**

96 Fecha de presentación : **13.12.1996**

97 Número de publicación de la solicitud: **1837367**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **26.09.2007**

54

Título: **Hidróxido de magnesio, su uso y un proceso para la preparación de resinas equipadas con el mismo.**

30

Prioridad: **19.12.1995 JP 7-330448**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
19.07.2011

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
19.07.2011

73

Titular/es: **KYOWA CHEMICAL INDUSTRY Co., Ltd.**
305 Yashimanishi-machi
Takamatsu-shi, Kagawa 761-01, JP

72

Inventor/es: **Katsuki, Keiko y**
Yoshii, Makoto

74

Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 363 034 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

Hidróxido de magnesio, su uso y un proceso para la preparación de resinas equipadas con el mismo

5 Descripción detallada de la invención

Esta invención se refiere a partículas de hidróxido de magnesio que tienen propiedades específicas, y a su uso para proporcionar resistencia al deterioro térmico y/o retardo de llama a una composición de resina sintética. Un retardante de llama compuesto de partículas de hidróxido de magnesio de la invención raramente se deteriora por calor durante el moldeo térmico de una resina sintética, y puede proporcionar a la resina una excelente resistencia al deterioro térmico y retardo de llama cuando está comprendido en una composición de resina en una proporción predeterminada.

En las composiciones de resina y artículos moldeados, que comprenden una cantidad relativamente grande de partículas de hidróxido de magnesio como retardante de llama, raramente se deteriora su resistencia física por la degradación térmica de la resina durante el moldeo o uso, y apenas experimentan blanqueo debido a la descomposición térmica de la resina.

Un requisito para el retardo de llama de las resinas sintéticas está en aumento y se está haciendo más exigente año a año. Para satisfacer dicho requisito, un retardante de llama que comprende tanto un haluro orgánico como trióxido de antimonio se ha propuesto y se usa ampliamente. Sin embargo, este retardante de llama se descompone parcialmente durante el moldeo y genera un gas halógeno. Por lo tanto, implica diversos problemas, tales como que corroe las máquinas de procesamiento y moldeo, es dañino para los trabajadores, tiene un efecto adverso sobre la resistencia térmica o el desgaste de una resina o caucho, y genera una gran cantidad de humo que contiene un gas tóxico cuando se queman los artículos moldeados residuales.

Por lo tanto, está aumentando la demanda de un retardante de llama que no es halógeno, que no implique ninguno de los problemas anteriores, y se está prestando mucha atención a las partículas de hidróxido de aluminio o partículas de hidróxido de magnesio, por ejemplo.

Sin embargo, puesto que el hidróxido de aluminio empieza a deshidratarse a una temperatura de aproximadamente 190 °C y provoca un problema de espumación durante su moldeo, su temperatura de moldeo debe mantenerse a menos de 190 °C. En consecuencia, tiene el problema de que las clases de resinas a las que puede aplicarse están limitadas.

Por otro lado, puesto que las partículas de hidróxido de magnesio empiezan a deshidratarse a aproximadamente 340 °C, tiene una ventaja tal que puede aplicarse a casi todas las clases de resinas. Adicionalmente, la Solicitud de Patente Japonesa Abierta a Inspección Pública N° 115799/1977 (Publicación N° JP 54050197 (A) enseña que un artículo moldeado satisfactorio pueda obtenerse mediante el desarrollo de un nuevo método para sintetizar partículas de hidróxido de magnesio que tienen alta cristalización.

Es decir, la publicación anterior propone partículas de hidróxido de magnesio que tienen propiedades específicas, que experimentan una menor distorsión estructural y una menor aglomeración secundaria de las partículas, y que contienen menos moléculas de agua residuales y aire que las partículas de hidróxido de magnesio convencionales. Esta publicación enseña también que las partículas de hidróxido de magnesio tienen buena afinidad con una resina, tal como una poliolefina, y no producen vetas de plata durante el moldeo, y puede obtenerse un artículo moldeado que tiene buen aspecto a partir de la misma y puede obtenerse un artículo moldeado de resina de polipropileno que tiene retardo de llama que satisface V-O en la Norma UL 94 VE.

Sin embargo, aunque las partículas de hidróxido de magnesio tienen propiedades apropiadas como un artículo moldeado retardante de llama cuando se llena en una resina, se ha descubierto que aún tienen problemas que resolver junto con una demanda creciente de propiedades.

Es decir, para satisfacer las Normas de Retardo de Llama V-O de UL-94 con un producto de 1/8 a 1/16 pulgadas (3,175 a 1,5875 mm) de espesor obtenido combinando partículas de hidróxido de magnesio con una resina sintética, las partículas de hidróxido de magnesio deben estar comprendidas en una cantidad de aproximadamente 150 a 250 partes en peso, basado en 100 partes en peso de la resina. La combinación de dicha cantidad relativamente grande de partículas de hidróxido de magnesio promueve el deterioro de un artículo moldeado por calentamiento durante el moldeo o uso, y reduce las unidades físicas del artículo moldeado, particularmente resistencia a impacto Izod, alargamiento, resistencia a tracción y similares.

Un objeto de la presente invención, por lo tanto, es resolver los problemas anteriores y proporcionar un nuevo retardante de llama compuesto de partículas de hidróxido de magnesio y que tiene excelente resistencia al deterioro térmico y una composición de resina que lo comprende, que tiene resistencia al deterioro térmico y retardo de llama.

Para conseguir el objeto anterior, los inventores de la presente invención han realizado estudios extensivos sobre la

5 pureza y propiedades físicas de las partículas de hidróxido de magnesio. Como resultado, se ha descubierto que tanto la cantidad total de compuestos metálicos particulares como las impurezas contenidas en las partículas de hidróxido de magnesio y los valores de diámetro medio de partículas secundarias y de área superficial específica tienen una influencia sobre el deterioro térmico de una resina, y que puede obtenerse un retardante de llama que
10 tiene una excelente resistencia al deterioro térmico controlando estos valores específicos. La presente invención se ha conseguido después de este hallazgo.

15 Diversas impurezas están contenidas principalmente en los materiales de partida de las partículas de hidróxido de magnesio durante su proceso de producción, y están mezcladas con las partículas de hidróxido de magnesio como una solución sólida o impurezas. De acuerdo con los estudios realizados por los inventores, se ha descubierto que, cuando están presentes cantidades traza de un compuesto de hierro y un compuesto de manganeso, afectan al deterioro térmico de la resina incluso cuando están contenidas como una solución sólida o una mezcla.

20 De esta manera, los estudios realizados por los inventores han puesto de manifiesto que cuando las partículas de hidróxido de magnesio de alta pureza contienen menos de la cantidad total predeterminada de un compuesto de hierro y un compuesto de magnesio como impurezas, y tienen un diámetro medio de partícula secundaria de no más de 2 μm (esto significa que la mayor parte de las partículas son principalmente partículas que no experimentan aglomeración secundaria) y un área superficial específica de no más de 20 m^2/g , pueden obtenerse una composición de resina y un artículo moldeado cuyas propiedades físicas raramente se deterioran por el calor.

25 De acuerdo con la presente invención, el objeto anterior de la presente invención puede conseguirse mediante partículas de hidróxido de magnesio que tienen (i) un diámetro medio de partícula secundaria, medido por un método de dispersión por difracción láser, de no más de 2 μm , (ii) un área superficial específica, medida por un método BET, de 1 a 10 m^2/g y que contiene (iii) una cantidad total de un compuesto de hierro y un compuesto de manganeso de no más del 0,02% en peso, en términos de metales.

30 Las partículas de la presente invención pueden usarse para producir una composición de resina sintética que tiene resistencia al deterioro térmico y retardo de llama, que comprende (a) una resina sintética y (b) partículas de hidróxido de magnesio contenidas en una proporción del 15 al 80% en peso, basado en el peso total de (a) y (b), teniendo las partículas de hidróxido de magnesio (i) un diámetro medio de partícula secundaria, medido por un método de dispersión por difracción láser, de no más de 2 μm , (ii) un área superficial específica, medida por un método BET, de 1 a 10 m^2/g y que contiene (iii) una cantidad total de un compuesto de hierro y un compuesto de manganeso de no más del 0,02% en peso, en términos de metales y un artículo moldeado a partir de las mismas.

35 La presente invención se describe en detalle a continuación en este documento.

40 Las partículas de hidróxido de magnesio en la presente invención tienen un diámetro medio de partícula secundaria, medido por un método de dispersión por difracción láser, de no más de 2 μm , preferentemente de 0,4 a 1,0 μm y, raramente o apenas están sometidas a aglomeración secundaria. Las partículas de hidróxido de magnesio tienen un área superficial específica, medida por un método BET de 1 a 10 m^2/g . Adicionalmente, las partículas de hidróxido de magnesio de la presente invención contienen un compuesto de hierro y un compuesto de manganeso como impurezas, en una cantidad total de no más del 0,02% en peso, preferentemente no más del 0,01% en peso, en términos de metales.

45 La cantidad total en términos de metales de (Fe + Mn) como las impurezas contenidas en las partículas de hidróxido de magnesio de la presente invención están en el intervalo anterior, como se ha descrito anteriormente. Más preferentemente, es deseable que la cantidad total de metales de los compuestos metálicos pesados, incluyendo un compuesto de cobalto, compuesto de cromo, compuesto de cobre, compuesto de vanadio y compuesto de níquel, esté en el intervalo anterior. Es decir, es más ventajoso que las partículas de hidróxido de magnesio tengan un contenido total de metales (Fe + Mn + Co + Cr + Cu + V + Ni) de no más del 0,02% en peso, preferentemente no más del 0,01% en peso.

50 A medida que aumenta el contenido total de un compuesto de hierro y un compuesto de manganeso en las partículas de hidróxido de magnesio, la estabilidad térmica de una resina combinada con las partículas se deteriora mucho. Sin embargo, incluso cuando el contenido total de compuesto de hierro y el compuesto de manganeso está en el intervalo anterior, la resina que comprende dichas partículas de hidróxido de magnesio no puede conseguir una estabilidad térmica excelente ni puede evitarse el deterioro de las propiedades físicas. Además de lo anterior, es necesario que el diámetro medio de partícula secundaria y el área superficial específica anteriores satisfagan también los intervalos respectivos anteriores. A medida que aumenta el diámetro medio de partícula secundaria, el
55 área de contacto entre las partículas y la resina disminuye y la estabilidad térmica mejora. En lugar de ello, ocurren problemas tales como el deterioro en la resistencia mecánica y un mal aspecto externo.

60 Como se ha descrito anteriormente, cuando las partículas de hidróxido de magnesio tienen (i) un diámetro medio de partícula secundaria, (ii) un área superficial específica y (iii) el contenido total de un compuesto de hierro y un compuesto de manganeso (y/u otros compuestos metálicos) dentro de los intervalos respectivos anteriores, puede obtenerse una composición de resina que satisface dichas propiedades, tales como compatibilidad con una resina,
65

dispersabilidad, moldeabilidad, capacidad de trabajado, aspecto externo de un artículo moldeado de la misma, resistencia mecánica y retardo de llama.

Un método para producir las partículas de hidróxido de magnesio en la presente invención no está particularmente limitado, siempre y cuando satisfaga los requisitos (i), (ii), (iii) anteriores. Las partículas de hidróxido de magnesio que satisfacen los requisitos para (i) un diámetro medio de partícula secundaria y (ii) un área superficial específica, pueden producirse empleando un método y las condiciones descritas en la Solicitud de Patente Japonesa abierta a inspección pública N° 115799/1977 (Publicación N° JP 54050197), por ejemplo. Es decir, las partículas de hidróxido de magnesio pueden producirse calentando cloruro de magnesio o nitrato de magnesio y una sustancia alcalina, tal como un hidróxido de metal alcalino, óxido de amonio o magnesio como materiales de partida en un medio acuoso en un estado presurizado (preferentemente de 5 a 30 kg/cm²). En la producción anterior, seleccionando los materiales de partida que no contienen impurezas o cantidades de traza de impurezas, especialmente un compuesto de hierro y un compuesto de manganeso (y/u otros compuestos metálicos descritos anteriormente), pueden obtenerse partículas de hidróxido de magnesio que satisfacen el requisito (iii) anterior.

Si fuera necesario, se prefiere que el cloruro de magnesio o el nitrato de magnesio y la sustancia alcalina, como materiales de partida, se purifiquen para reducir los contenidos de un compuesto de hierro y un compuesto de manganeso en su interior.

Aunque las partículas de hidróxido de magnesio de la presente invención pueden cargarse en una resina directamente como un retardante de llama que tiene resistencia al deterioro térmico, pueden usarse después de tratarlas con un agente de tratamiento superficial. El agente de tratamiento superficial es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos grasos superiores, tensioactivos aniónicos, ésteres fosfóricos, agentes de acoplamiento de silano, agentes de acoplamiento de titanato, agentes de acoplamiento de aluminio y ésteres de alcoholes polihídricos y ácidos grasos.

Los ejemplos preferidos del agente de tratamiento superficial incluyen ácidos grasos superiores que tienen 10 o más átomos de carbono, tales como ácido esteárico, ácido erúxico, ácido palmítico, ácido láurico y ácido behénico; sales de metales alcalinos de los ácidos grasos superiores anteriores; sales de éster de ácido sulfúrico de alcoholes superiores, tales alcohol estearílico y alcohol oleílico; tensioactivos aniónicos, tales como sales de éster sulfúrico, sales de éster de ácido sulfúrico enlazadas con amida; sales de éster de ácido sulfúrico enlazadas con éster, sulfonatos enlazados con éster, sales de ácido sulfónico enlazadas con amida, sales de ácido sulfónico enlazadas con éter, sales de ácido alquil aril sulfónico enlazadas con éter, sales de ácido alquil aril sulfónico enlazadas con éster y sales de ácido alquil aril sulfónico enlazadas con amida de polietilenglicol éteres; sales metálicas ácidas y alcalinas y sales de amina de ésteres de ácido fosfórico de mono- o di-ésteres o mezclas de ácido ortofosfórico y alcohol oleílico o alcohol estearílico; agentes de acoplamiento de silano, tales como viniletoxissilano, vinil-tris(2-metoxi-etoxi)silano, γ -metacriloxipropiltrimetoxissilano, γ -aminopropiltrimetoxissilano, β -(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxissilano, γ -glicidoxipropiltrimetoxissilano y γ -mercaptopropiltrimetoxissilano; agentes de acoplamiento de titanato, tales como isopropiltriisostereariltitanato, isopropiltris(dioctilpirofosfato)titanato, isopropil(N-aminoetil-aminoetil)titanato e isopropiltridecibencenosulfoniltitanato; agentes de acoplamiento de aluminio, tales como diisopropirato de acetoalcoxiaaluminio; ésteres de alcoholes polihídricos y ácidos grasos, tales como monoestearato de glicerina y monooleato de glicerina.

Para realizar un recubrimiento sobre las superficies de las partículas de hidróxido de magnesio con el agente de tratamiento superficial anterior, puede usarse un método en húmedo o en seco conocido. Por ejemplo, en un método en húmedo, el agente de tratamiento superficial en una forma líquida o de emulsión se añade a la suspensión de hidróxido de magnesio y se mezcla totalmente mecánicamente a una temperatura de hasta aproximadamente 100 °C. En un método en seco, el agente de tratamiento superficial, en una forma líquida, de emulsión o sólida, se añade a los polvos de hidróxido de magnesio y se mezcla totalmente con una mezcladora, tal como una mezcladora Henschel, agitando minuciosamente, con o sin calentamiento. La cantidad de agente de tratamiento superficial puede seleccionarse adecuadamente, aunque preferentemente es de aproximadamente el 10% en peso o menos, basado en el peso de las partículas de hidróxido de magnesio.

Dichos medios, tales como lavado con agua, deshidratación, granulación, secado, pulverización, clasificación y similares, se seleccionan adecuadamente y se realizan sobre las partículas de hidróxido de magnesio tratadas superficialmente de esta manera, según se requiera para obtener un producto final.

Las partículas de hidróxido de magnesio de la presente invención están comprendidas en la resina en una cantidad del 15 al 80% en peso, preferentemente del 20 al 70% en peso, basado en el total de las partículas y la resina.

A medida que la resina sintética se combina con las partículas de hidróxido de magnesio de la presente invención, cualquier resina sintética que se use generalmente como un artículo moldeado es aceptable. Los ejemplos ilustrativos de la resina termoplástica incluyen polietileno, polipropileno, copolímero de etileno y propileno, polímeros y copolímeros de olefinas C₂ a C₈ (α -olefina), tales como polibuteno, poli(4-metilpenteno-1) o similares, copolímeros de estas olefinas y dieno, copolímero de etileno-acrilato, poliestireno, resina ABS, resina AAS, resina AS, resina MBS, resina de copolímero de etileno-cloruro de vinilo, resina de copolímero de etileno-acetato de vinilo, resina de

polímero de injerto de etileno-cloruro de vinilo-acetato de vinilo, cloruro de vinilideno, cloruro de polivinilo, polietileno clorado, polipropileno clorado, copolímero de cloruro de vinilo-propileno, resina de acetato de vinilo, resina fenoxi, poliactal, poliamida, poliimida, policarbonato, polisulfona, óxido de polifenileno, sulfuro de polifenileno, polietilentereftalato, polibutilentereftalato, resina metacrílica y similares.

De las resinas termoplásticas anteriores, se prefieren las poliolefinas y copolímeros de las mismas que tienen excelente retardo de llama y efectos de prevención del deterioro térmico y propiedades de retención de la resistencia mecánica, debido a las partículas de hidróxido de magnesio, como se ejemplifica mediante las resinas basadas en polipropileno, tales como homopolímeros de polipropileno y copolímeros de etileno-propileno; resinas basadas en polietileno, tales como polietileno de alta densidad, polietileno de baja densidad, polietileno de baja densidad de cadena lineal, polietileno de densidad ultra baja, EVA (resina de etileno-acetato de vinilo), EEA (resina de etileno-acrilato de etileno), EMA (resina de copolímero de etileno-acrilato de metileno), EAA (resina de copolímero de etileno-ácido acrílico) y polietileno de peso molecular ultra alto; y polímeros y copolímeros de olefinas C₂ a C₆ (α -olefina) tales como polibuteno y poli(4-metilpenteno-1).

Adicionalmente, se incluyen también las resinas termoestables, tales como resina epoxi, resina fenol, resina de melamina, resina de poliéster insaturado, resina de alquido y resina de urea y cauchos sintéticos, tales como EPDM, caucho de butilo, caucho de isopreno, SBR, NIR, caucho de uretano, caucho de polibutadieno, caucho acrílico, caucho de silicona, fluoroelástomero, NBR y polietileno clorosulfonado.

Las partículas de la presente invención pueden usarse en una composición de resina que básicamente consiste en (a) la resina sintética anterior y (b) las partículas de hidróxido de magnesio como se ha descrito anteriormente. La composición de resina puede contener adicionalmente una ligera cantidad de un retardante de llama auxiliar (c). Combinando este retardante de llama auxiliar (c), la cantidad de partículas de hidróxido de magnesio (b) que están contenidas puede reducirse y el efecto de retardo de llama puede aumentarse.

El retardante de llama auxiliar (c) es preferentemente fósforo rojo, carbono en polvo o una mezcla de los mismos. Como el fósforo rojo puede usarse fósforo rojo cuya superficie está recubierta con una resina termoestable, poliolefina, polímero de ácido carboxílico, óxido de titanio o producto de condensación de titanio y aluminio, además del fósforo rojo ordinario. El carbono en polvo se selecciona entre negro de humo, carbono activado y grafito y el negro de humo puede prepararse por cualquiera de horno de aceite, horno de gas, método de canal, térmico y de acetileno.

Cuando el retardante de llama auxiliar (c) está combinado, la proporción del mismo es de 0,5 al 20% en peso, preferentemente del 1 al 15% en peso basado en el peso total de (a) la resina sintética y (b) las partículas de hidróxido de magnesio.

La composición de resina puede producirse mezclando (a) la resina sintética, (b) las partículas de hidróxido de magnesio según se requiera, (c) el retardante de llama auxiliar por medios conocidos en las proporciones respectivas descritas anteriormente.

La composición de resina que tiene resistencia al deterioro térmico y retardo de llama, proporcionada por la presente invención puede contener otros aditivos usados habitualmente, además de los componentes anteriores. Los aditivos incluyen un antioxidante, agente antiestático, pigmento, agente de espumación, plastificante, carga, agente de refuerzo, retardante de llama de halógeno orgánico, agente de articulación, estabilizador óptico, absorbedor ultravioleta, lubricante o similares.

Los siguientes ejemplos se dan para ilustrar adicionalmente la presente invención. “%” significa el % en peso en los ejemplos. La proporción del antioxidante comprendido se expresa como porcentaje (%) basado en el peso total de (a) la resina sintética, (b) las partículas de hidróxido de magnesio y (c) el retardante de llama auxiliar.

En los siguientes ejemplos, (i) el diámetro medio de partícula secundaria y (ii) el área superficial específica BET de las partículas de hidróxido de magnesio son valores medidos de acuerdo con los métodos de medición descritos a continuación.

(1) Diámetro medio de partícula secundaria de las partículas secundarias de hidróxido de magnesio

Esto se determina midiendo con un Analizador del Tamaño de Partícula MICROTRAC de tipo SPA (fabricado por LEEDS & NORTHROP INSTRUMENTS, LTD.).

Se añaden 700 mg de polvos de muestra a 70 ml de agua, y se dispersan en el agua por ondas ultrasónicas (Modelo US-300 fabricado por Nissei Co., Ltd., corriente eléctrica: 300 μ A) durante 3 minutos. De 2 a 4 ml de la dispersión resultante se muestrean y se añaden al recipiente para muestras del analizador de tamaño de partículas que contenía 250 ml de agua desaireada. Después de que el analizador se active para hacer circular la suspensión durante 8 minutos, se mide la distribución del tamaño de partículas. La medición se realiza dos veces y se calcula un valor medio de los diámetros de partícula secundaria acumulativo del 50%, obtenido mediante estas mediciones y se

toma como el diámetro medio de partícula secundaria de la muestra.

(2) Medición del área superficial específica por el método BET de las partículas de hidróxido de magnesio

5 Esto se mide mediante un método de adsorción de nitrógeno líquido.

(3) Resistencia a impacto Izod

Esto se mide de acuerdo con JIS K 7110.

10

(4) Resistencia a tracción

Esto se mide de acuerdo con JIS K 7113.

15

(5) Retardo de llama

Esto se mide de acuerdo con el método UL 94VE. El índice de oxígeno se mide acuerdo con JIS K7201.

20

(6) Análisis de metales pesados

Esto se realiza de acuerdo con ICP-EM (espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente) o espectrometría de absorción atómica.

25

Ejemplo 1 (propiedades de las partículas de hidróxido de magnesio)

Se midió el diámetro medio de partícula secundaria, el área superficial específica y el contenido de metal pesado de diversas clases de partículas de hidróxido de magnesio a ensayar, y se muestra en la Tabla 1 a continuación. “%” significa % en peso.

30

Tabla 1

Composición y propiedades	Muestra				
	A-I	A-II	B-I	B-II	B-III
Diámetro medio de partícula secundaria (µm)	1,2	0,60	4,63	2,97	0,8
Área superficial específica (m ² /g)	10,8	6,5	3,9	10,9	5,4
Mg(OH) ₂ (%)	99,19	99,60	93,80	90,80	99,40
CaO (%)	0,189	0,01	1,31	2,21	0,01
CO ₂ (%)	0,31	0,15	4,15	6,0	0,29
Fe (%)	0,0069	0,0028	0,188	0,279	0,225
Mn (%)	0,0013	0,0001 ≥	0,025	0,027	0,024
Cu (%)	0,0011	0,0011	0,0068	0,0079	0,007
V (%)	0,0001 ≥	0,0001 ≥	0,0001 ≥	0,0001 ≥	0,0001 ≥
Co (%)	0,0001 ≥	0,0001 ≥	0,0001 ≥	0,0001 ≥	0,0001 ≥
Ni (%)	0,0022	0,0009	0,0081	0,0098	0,008
Cr (%)	0,0001 ≥	0,0001 ≥	0,0005	0,0018	0,0003

(Nota) La composición de A-II es de la presente invención, mientras que las composiciones de A-I, B-I, B-II y B-III son las del Ejemplo Comparativo.

Ejemplo 2 (Evaluación de la estabilidad térmica y las propiedades físicas de la composición de resina)

35 Las partículas de hidróxido de magnesio mostradas en la Tabla 1 del Ejemplo 1 se usaron para preparar piezas de ensayo que tienen las siguientes composiciones:

60% de partículas de hidróxido de magnesio (tratadas superficialmente con un 3% en peso de ácido esteárico)

40% de polipropileno (de una calidad con resistencia a impacto, con un MFI de 2 g/10 min)

0,1% de antioxidante (Irganox 1010 de Chiba Geigy AG)

40 0,1% de antioxidante (DLTP de Yoshitomi Pharmaceutical Industries, Ltd.)

(i) Preparación de la pieza de ensayo

45 Cada muestra de las partículas de hidróxido de magnesio tratadas superficialmente se secó a 105 °C durante 16 horas y, adicionalmente, a 120 °C durante 2 horas para retirar el agua adherida a la misma, se amasó con una resina (polipropileno) y un antioxidante mediante una extrusora biaxial (BT-30-S2-30-L fabricada por Plastic Kogaku Kenkyusho K.K.) a 230 °C, se secó de nuevo a 120 °C durante 2 horas y se moldeó en una máquina de moldeo por inyección (FS 120S 18A SE fabricada por Nissei Jushi Kogyo K.K.) a 230 °C.

Las piezas de ensayo obtenidas por moldeo por inyección están diseñadas de la siguiente manera.

Pieza de ensayo A-I: Compuesto de partículas de hidróxido de magnesio de la muestra A-I.
 Pieza de ensayo A-II: Compuesto de partículas de hidróxido de magnesio de la muestra A-II.
 5 Pieza de ensayo B-I: Compuesto de partículas de hidróxido de magnesio de la muestra B-I.
 Pieza de ensayo B-II: Compuesto de partículas de hidróxido de magnesio de la muestra B-II.
 Pieza de ensayo B-III: Compuesto de partículas de hidróxido de magnesio de la muestra B-III.

(ii) Medición de la estabilidad térmica

10 Aparato: horno de transmisión GPHH-100, fabricado por Tabai Espec Co., Ltd.
 Condiciones de medición: 150 °C, abertura del amortiguador: 50%

15 Un conjunto de dos piezas de ensayo se estrecha en una parte superior con un papel plegado, sujetado con una pinza metálica, se cuelga en un anillo rotatorio y se saca a intervalos de un cierto periodo de tiempo.
 Pieza de ensayo: 1/12 pulgadas (2,1167 mm).

20 Evaluación: el tiempo que pasa hasta que se observa blanqueo en la pieza de ensayo se toma como un índice para el deterioro térmico. El tiempo que pasa hasta que el peso de la pieza de ensayo se reduce en un 10% a 150 °C se comprueba también.

(iii) Resultado de evaluación

25 Los resultados de evaluación se muestran en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2

Pieza de ensayo	A-I	A-II	B-I	B-II	B-III
Número de días que pasan antes del blanqueo	13,5	27	6,0	3,5	4,0
Impacto Izod (con muesca: kgfcm/cm)	11	14,0	4,2	4,8	15,5
Resistencia a tracción (kgf/mm ²)	1,73	2,00	1,65	1,71	2,03
Reducción del peso en un 10% en peso (tiempo)	380	820	125	120	120
Retardo de llama (UL94VE 1/8 pulgadas (3,175 mm))	V-O	V-O	Fuera de norma	Fuera de norma	V-O

30 Ejemplo 3

Se realizó el mismo ensayo que en el Ejemplo 2, usando diversas clases de partículas de hidróxido de magnesio que difieren en el diámetro medio de partícula secundaria. Los resultados se muestran en la Tabla 3 a continuación. En la Tabla 3, "el contenido total de metales pesados (%)" indica el contenido total de metales (Fe + Mn + Co + Cr + Cu + V + Ni).

Tabla 3

Partículas de hidróxido de magnesio	A-III	A-IV	A-V	B-IV	B-V
Diámetro medio de partícula secundaria	0,40	1,0	1,5	11,1	6,35
Área superficial específica	18,0	8,0	11	16,0	59,0
Contenido de hidróxido de magnesio	99,82	99,85	99,86	99,85	99,83
Contenido total de metales pesados	0,00505	0,00505	0,00570	0,01361	0,01065
Número de días que pasan antes del blanqueo	24	30	29	8,0	7,5
Impacto Izod (con muesca: kgfcm/cm)	10,8	13,6	10,7	3,7	3,9
Resistencia a tracción (kgf/mm ²)	1,90	1,95	1,88	1,61	1,50
Retardo de llama (UL94VE 1/8 pulgadas (3,175 mm))	V-O	V-O	V-O	Fuera de norma	Fuera de norma
(Nota) La composición de A-IV es de la presente invención, mientras que las composiciones de A-III, A-V, B-IV y B-V son las del Ejemplo Comparativo.					

40 Ejemplo 4

Se preparó una composición de resina que tenía la siguiente composición.

100 partes en peso: copolímero de etileno-acetato de vinilo (que contiene un 41% de acetato de vinilo)
 150 partes en peso: partículas de hidróxido de magnesio (A-II o B-I, superficie tratada con 0,25 partes en peso de oleato sódico, basado en 100 partes en peso del hidróxido de magnesio).

2 partes en peso: DCP (peróxido de dicumilo).

1 parte en peso: agente de acoplamiento de silano (A-172 de Nippon Unicar Co., Ltd.).

1 parte en peso: antioxidante (Irganox 1010 de Chiba Geigy AG).

5 Preparación de la pieza en ensayo

Los materiales de partida anteriores se amasaron con una extrusora de amasado monoaxial a 120 °C, se pre-moldearon con una máquina de moldeo por compresión a 120 °C durante 5 minutos y se reticularon a 180 °C durante 15 minutos para obtener placas de 2 mm y 3 mm de espesor.

10

Medición de la estabilidad térmica

Resistencia al calor: se obtuvo una pieza de ensayo de 25 mm de ancho y 50 mm de largo a partir de una placa reticulada de 2 mm de espesor, y se realizó un ensayo de resistencia térmica sobre la pieza de ensayo de la misma manera que en el Ejemplo 1.

15

Resistencia a tracción: se obtuvo una pieza para el ensayo JIS 7113 N° 2 para medir su resistencia a tracción a una velocidad de ensayo de 200 mm/min.

20 Resultado de evaluación

Los resultados de las mediciones anteriores se muestran en la Tabla 4 a continuación.

Tabla 4

Hidróxido de magnesio	A-II	B-I
Número de días que pasan antes del blanqueo	30	6
Resistencia a tracción (kgf/mm ²)	1,33	0,89
Retardo de llama (índice de oxígeno)	38	36

25

Ejemplo 5

Se preparó una composición de resina que tenía la siguiente composición.

30 70%: partículas de hidróxido de magnesio (A-II o B-III; tratadas superficialmente con un 3% en peso de ácido esteárico).

30%: polipropileno (de una calidad de resistencia a impacto, con un MFI de 2 g/10 min).

0,1%: antioxidante (Irganox 1010 de Chiba Geigy AG).

0,1%: antioxidante (DLTP de Yoshitomi Pharmaceutical Industries, Ltd.).

35

Se preparó una pieza de ensayo a partir de la composición de resina anterior, de la misma manera que en el Ejemplo 2, para evaluar la estabilidad térmica y el retardo de llama. Los resultados se muestran en la Tabla 5 a continuación.

40

Tabla 5

Partículas de hidróxido de magnesio	A-II	B-III
Número de días que pasan antes del blanqueo	22	3,0
Impacto Izod (kgfcm/cm)	6,6	6,3
Resistencia a tracción (kgf/mm ²)	1,75	1,72
Reducción del peso en un 10% en peso (tiempo)	650	85
Retardo de llama (UL94VE 1/16 pulgadas (1,5875 mm))	V-O	V-O

Ejemplo 6

Se preparó una composición de resina que tenía la siguiente composición.

45

30%: partículas de hidróxido de magnesio (A-II o B-III; superficie tratada con un 3% en peso de ácido esteárico).

7%: fósforo rojo (Nova Excell 140 de Rin Kagaku Kogyo K.K.).

3%: negro de humo (fabricado por un método de horno de aceite, FEF).

60%: polipropileno (de una calidad de resistencia al impacto con un MFI de 2 g/10 min).

50

0,1%: antioxidante (Irganox 1010 de Chiba Geigy AG).

0,1%: antioxidante (DLTP de Yoshitomi Pharmaceutical Industries, Ltd.).

Se preparó una pieza de ensayo a partir de la composición de resina anterior de la misma manera que en el Ejemplo 2, para evaluar su estabilidad térmica y retardo de llama. Los resultados se muestran en la Tabla 6 a continuación.

55

Tabla 6

Partículas de hidróxido de magnesio	A-II	B-III
Número de días que pasan antes del blanqueo	33	7,0
Impacto Izod (kgfcm/cm)	12,5	11,8
Resistencia a tracción (kgf/mm ²)	2,17	2,13
Reducción del peso en un 10% en peso (tiempo)	950	135
Retardo de llama (UL94VE 1/8 pulgadas (3,175 mm))	V-O	V-O

Ejemplo 7

5 Se produjeron las siguientes composiciones de resina (1) a (3) y se prepararon piezas de ensayo de la misma manera que en el Ejemplo 2, y se ensayaron para su retardo de llama. En el caso de nylon 6, el amasado y el moldeo por inyección se realizan a 250 °C. Los resultados muestran que todas las piezas de ensayo tenían un retardo de llama de V-O en el ensayo UL94VE 1/16 pulgadas (1,5875 mm).

10 (1)

65%: partículas de hidróxido de magnesio (A-II)
35%: nylon 6 (de una calidad moldeada por inyección, con una densidad relativa de 1,14)
0,2%: antioxidante (Irganox 1098 de Chiba Geigy AG)

15

(2)

68%: partículas de hidróxido de magnesio (A-II)
32%: polietileno de alta densidad (de una calidad moldeada por inyección con un MFI de 5,0 g/10 min).
20 0,1%: antioxidante (Irganox 1010 de Chiba Geigy AG)
0,1%: antioxidante (DLTP de Yoshitomi Pharmaceutical Industries, Ltd.).

20

(3)

25 20%: partículas de hidróxido de magnesio (A-II)
7%: fósforo rojo (Nova Excell 140 de Rin Kagaku Kogyo K.K.)
5%: negro de humo (fabricado por un método de horno de aceite, FEF)
63%: resina ABS (de una calidad resistente a impacto, con un MFI de 25 g/10 min)
5%: nylon 6 (de una calidad moldeada por inyección, con una densidad relativa de 1,14)
30 0,2%: antioxidante (Irganox 1010 de Chiba Geigy AG)

30

Ejemplo 8

35 Se preparó la siguiente composición, se masticó en un rodillo abierto a 70 °C y, un día después, se curó a 160° C durante 30 minutos para obtener una placa de 1/8 pulgadas (3,175 mm). Se preparó una pieza de ensayo de 1/8 pulgadas (3,175 mm) de espesor para el ensayo UL94 VE a partir de la placa obtenida de esta manera y el ensayo UL 94 VE se realizó sobre esta pieza de ensayo. El resultado de ensayo mostró que el retardo de llama era V-1.

35

Composición

40

100 partes en peso: caucho EPDM (proporción etileno/propileno = 50/50 moles)
170 partes en peso: partículas de hidróxido de magnesio (A-II)
3 partes en peso: peróxido de dicumilo
0,5 partes en peso: poli(2,2,4-trimetil-1,2-dihidroquinolina)
45 1 parte en peso: agente de acoplamiento de silano (A-172 de Nippon Unicar Co., Ltd.)
1 parte en peso: ácido esteárico
1 parte en peso: azufre

45

Ejemplo 9

50 Se preparó la siguiente composición, se amasó con una amasadora de aproximadamente 30 °C y se curó a 90 °C durante 15 minutos para obtener una placa de 1/8 pulgadas (3,175 mm). Se preparó una pieza de ensayo de 1/8 pulgadas (3,175 mm) para el ensayo UL94 VE a partir de la placa obtenida de esta manera, y el ensayo UL94 VE se realizó sobre esta pieza de ensayo. El resultado mostró que el retardo de llama era V-0.

55

Composición

100 partes en peso: resina epoxi (densidad relativa: 1,17)
100 partes en peso: partículas de hidróxido de magnesio (A-II)

5 partes en peso: fósforo rojo (Nova Excell 140 de Rin Kagaku Kogyo K.K.)
1 parte en peso: negro de humo (fabricado por un método de horno de aceite, FEF)
10 partes en peso: agente de curado (HY951 de Chiba Geigy AG)
1 parte en peso: ácido esteárico
5 0,2 partes en peso: antioxidante (Irganox 1010 de Chiba Geigy AG)

10 De acuerdo con la presente invención, cuando una gran cantidad de partículas de hidróxido de magnesio se carga en una resina termoplástica, puede obtenerse una composición de resina y un artículo moldeado que no se deterioran con el calor, tienen una excelente dispersibilidad y no se blanquean. Por lo tanto, es posible proporcionar una composición de resina y un artículo moldeado que no contienen un retardante de llama halogenado y que tienen ventajas tales como una capacidad de trabajado excelente y no generan un gas tóxico cuando se quema el artículo moldeado.

15

REIVINDICACIONES

- 5 1. Partículas de hidróxido de magnesio que tienen (i) un diámetro medio de partícula secundaria, medido por un método de dispersión por difracción láser, de no más de 2 μm , (ii) un área superficial específica, medida por un método BET, de 1 a 10 m^2/g , y que contienen (iii) una cantidad total de compuesto de hierro y compuesto de manganeso de no más del 0,02% en peso en términos de metales.
- 10 2. Partículas de hidróxido de magnesio de la reivindicación 1, en las que las partículas de hidróxido de magnesio tienen un diámetro medio de partícula secundaria, medido por un método de dispersión por difracción láser, de 0,4 a 1,0 μm .
- 15 3. Partículas de hidróxido de magnesio de la reivindicación 1 ó 2, en las que la cantidad total de compuesto de hierro y compuesto de manganeso en las partículas de hidróxido de magnesio no es mayor del 0,01% en peso, en términos de metales.
- 20 4. Partículas de hidróxido de magnesio de una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en las que la cantidad total de compuesto de hierro, compuesto de manganeso, compuesto de cobalto, compuesto de cromo, compuesto de cobre, compuesto de vanadio y compuesto de níquel en las partículas de hidróxido de magnesio no es mayor del 0,02% en peso, en términos de metales.
- 25 5. Partículas de hidróxido de magnesio de la reivindicación 4, en las que la cantidad total de compuesto de hierro, compuesto de manganeso, compuesto de cobalto, compuesto de cromo, compuesto de cobre, compuesto de vanadio y compuesto de níquel en las partículas de hidróxido de magnesio no es mayor de 0,01% en peso, en términos de metales.
- 30 6. Uso de las partículas de magnesio como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 para proporcionar resistencia al deterioro térmico y/o retardo de llama a una composición de resina sintética.
- 35 7. Uso de acuerdo con la reivindicación 6, en el que resina sintética es una poliolefina o un copolímero de la misma.
8. Un proceso para producir una composición de resina, proceso que comprende mezclar (a) una resina sintética y (b) partículas de hidróxido de magnesio como se ha definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en una proporción del 15 al 80% en peso, basado en peso total de (a) y (b).
9. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 8, proceso que comprende formar la composición de resina en un artículo moldeado.