



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 774**

51 Int. Cl.:

C01F 11/02 (2006.01)

C04B 2/06 (2006.01)

C08L 101/00 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

C09C 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04799733 .3**

96 Fecha de presentación : **11.11.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1690832**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **16.08.2006**

54

Título: **Composiciones de resina que contienen hidróxido de calcio y artículos formados a partir de ellas.**

30

Prioridad: **13.11.2003 JP 2003-383824**
13.11.2003 JP 2003-383825

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.08.2011

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.08.2011

73

Titular/es: **KYOWA CHEMICAL INDUSTRY Co., Ltd.**
305 Yashimanishi-machi
Takamatsu-shi, Kagawa 761-0113, JP

72

Inventor/es: **Suzuki, Takafumi;**
Matsushima, Masatoshi;
Miyauchi, Seiji;
Manabe, Hitoshi y
Sawa, Yoshiharu

74

Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 363 774 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

Composiciones de resina que contienen hidróxido de calcio y artículos formados a partir de ellas

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición de resina que contiene hidróxido de calcio formada por una disolución de sólidos con un compuesto específico, y un artículo moldeado que contiene la composición de resina. Además, la presente invención también se refiere al uso de hidróxido de calcio como estabilizador para resinas sintéticas.

Técnica anterior

Las resinas sintéticas, en particular las resinas que contienen halógeno, son inestables frente al calor y la luz y se pueden deteriorar con el tiempo o durante la reacción de reticulación o el proceso de moldeo. Además, para ello, se ha usado un compuesto de plomo y un compuesto de organo-estaño y una sal de ácido orgánico de material compuesto basada en Cd/Ha-, Ba/Zn- o Ca/Zn como estabilizador. No obstante, la toxicidad de estos estabilizadores y la contaminación ambiental que provocan han comenzado a concebirse como problemas. Por tanto, se han desarrollado varios estabilizadores para resinas sintéticas que comprenden hidróxido de calcio como componente principal y que resulta más seguro y menos caro (referencia a las Publicaciones de Patente 1 y 2).

No obstante, dado que la solubilidad de la cal viva en agua resulta elevada, el hidróxido de calcio es susceptible de experimentar el desarrollo de cristales, presenta un área superficie específica reducida (referencia a la Solicitud de Patente 3) y se encuentra limitado en cuanto a capacidad de captura de halógenos. Además, cuando se añade un estabilizador basado en hidróxido de calcio a una resina sintética, la resina sintética resultante presenta problemas de escasa estabilidad térmica y muy escasa coloración inicial, en comparación con el caso en el que se añade a la resina sintética un compuesto de plomo o un compuesto de organo-estaño.

A pesar de estos problemas, dado que el hidróxido de calcio presenta una seguridad excelente y no resulta caro, cabe esperar su uso como estabilizador para resinas sintéticas y se espera una mejora de las mismas.

(Publicación de patente 1) JP-A-6-316662 (el término "JP-A" según se usa en el presente documento significa una "solicitud de patente japonesa publicada y no examinada")

(Publicación de patente 2) JP-A-11-193336

(Publicación de patente 3) JP-A 2001-123071

En una nota diferente, el documento JP 2003 138149 describe un compuesto que contiene hidróxido de calcio en el que el Ca que se encuentran en las proximidades de la superficie del cristal es sustituido por Al o por Mg o Al, para su uso como estabilizador térmico.

Divulgación de la invención

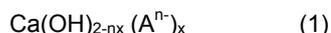
La presente invención se refiere a hidróxido de calcio que tiene una gran área superficial específica y excelentes propiedades de neutralización de ácidos y de captura de halógenos.

Un objeto de la presente invención es proporcionar una composición de resina que sea excelente en cuanto a estabilidad térmica a largo plazo durante el procesado, tenga color inicial y capacidad para admitir un ácido producido mediante calor o mediante haz de electrones durante la fabricación secundaria o reticulación, y a un producto moldeado que comprende la composición de resina.

Otro objeto de la presente invención es estabilizar resinas sintéticas.

Los presentes inventores han comprobado que el hidróxido de calcio que tiene una gran área superficial específica se puede producir en presencia de $\text{SiO}(\text{OH})_3^-$, SiO_4^{4-} o una de sus mezclas. La presente invención se ha completado en base a este hallazgo.

Para ser más específicos, la presente invención se refiere a hidróxido de calcio (a) representado por medio de la fórmula siguiente (1):



en la que n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2 y A^{n-} representa $\text{SiO}(\text{OH})_3^-$, SiO_4^{4-} o una de sus mezclas,

(b) que tiene un diámetro medio de partícula (secundario medido por un método de dispersión de difracción láser de 0,1 a 7 μm , y

(c) que tiene un área superficial específica de método BET de 5 a 40 m²/g.

5 La presente invención proporciona una composición de resina que comprende (i) 100 partes en peso de resina sintética y (ii) de 0,1 a 10 partes en peso de hidróxido de calcio como se ha definido anteriormente y (iii) de 0,1 a 10 partes en peso de hidrotalcita.

Además, la presente invención también proporciona un artículo moldeado que comprende la composición de resina anterior.

10 Además, la presente invención también proporciona el uso de un compuesto de hidróxido de calcio como se ha definido anteriormente como estabilizador para resinas sintéticas.

Efecto de la invención

15 El hidróxido de calcio para su uso en la presente invención tiene cristales finos debido a la inhibición del desarrollo cristalino durante el proceso de producción. Por consiguiente, presenta una gran área superficial específica, es altamente activo y presenta excelentes propiedades de neutralización de ácidos y de captura de halógenos. Además, se puede usar de forma apropiada como estabilizador para resinas sintéticas.

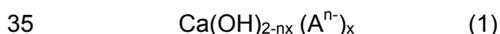
20 La composición de resina de la presente invención y el artículo moldeado que comprende la composición de resina contienen el hidróxido de calcio anterior. Por tanto, presentan excelente estabilidad térmica, en particular estabilidad térmica a largo plazo y coloración inicial. Además, presentan una excelente capacidad de admitir un ácido producido mediante calor o mediante haz de electrones durante la fabricación secundaria o reticulación.

25 Mediante el empleo del hidróxido de calcio anterior como estabilizador en la resina sintética, se proporciona una excelente estabilidad térmica y coloración inicial a las resinas sintéticas.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

30 A continuación, se describe con más detalle la presente invención.

El hidróxido de calcio para su uso en la presente invención se puede representar por medio de la fórmula siguiente (1):



En la fórmula anterior, n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2 y Aⁿ⁻ representa un anión monovalente (n = 1) SiO(OH)₃ o un anión tetravalente (n = 4) SiO⁴⁻ o una de sus mezclas. De estos, se prefiere SiO(OH)₃. Aⁿ⁻ puede proceder de al menos un compuesto (en lo sucesivo puede ser referido como "aditivo") que es un compuesto basado en silicio. Por tanto, n es la valencia del anión, x es un contenido de anión y nx es su producto.

40

El compuesto representado por medio de la fórmula (1) puede contener de manera simultánea distintos tipos de Aⁿ⁻. En este caso, nx representa un total de productos de las valencias de los aniones y los contenidos de los aniones.

45 El valor de x es de 0,001 a 0,2, preferentemente de 0,005 a 0,15, más preferentemente de 0,01 a 0,1.

La procedencia de An⁻ puede ser de un compuesto basado en silicio, que es preferentemente al menos un compuesto basado en silicio que se escoge entre el grupo que consiste en silicato alcalino, un silicato, ácido silícico hidratado, anhídrido de ácido silícico, ácido silícico cristalino (por ejemplo, cuarzo), sílice amorfa y un compuesto basado en organo-silicio. La sílice (dióxido de silicio) resulta particularmente preferida. Ejemplos preferidos de compuesto basado en silicio incluyen tetraetoxisilano, tetrametoxisilano, polimetoxisilano y agente de acoplamiento de silano.

50

El hidróxido de calcio es cal natural o cal sintética. Preferentemente, el hidróxido de calcio para ser usado en la presente invención presenta un contenido de cloro no mayor que 0,05 % en peso y un contenido de elemento de sodio no mayor que 20 ppm. El contenido de elemento de sodio se mide por medio de un método de absorción atómica y el contenido de elemento de cloro se mide por medio de un método absorciométrico.

55

El hidróxido de calcio para su uso en la presente invención presenta un diámetro medio de partícula secundario medido por medio de un método de dispersión de difracción láser de 0,1 a 7 μm, preferentemente de 0,5 a 7 μm. El hidróxido de calcio para su uso en la presente invención presenta un área superficial específica medida por medio de un método BET de 5 a 40 m²/g, preferentemente de 10 a 30 m²/g.

60

Método de producción

El hidróxido de calcio para su uso en la presente invención se puede producir por medio de:

- 5 (i) reacción de apagado de óxido de calcio en agua, o
 (ii) reacción de una sal de calcio soluble en agua con un hidróxido de metal alcalino,

en presencia de al menos un compuesto basado en silicio.

10 (Método de apagado)

Es decir, en primer lugar, se puede producir el hidróxido de calcio para su uso en la presente invención por medio de un método descrito en la Solicitud de Patente Japonesa N°. 2002-137581 (JP-A-2003-327427) aplicada por medio del presente inventor. Más específicamente, el hidróxido de calcio para su uso en la presente invención se puede producir por medio de apagado-reacción de cal viva (óxido de calcio) en agua que contiene al menos un compuesto basado en silicio (aditivo). De manera apropiada, se introduce la cal viva en agua de 10 a 60 °C, preferentemente de 30 a 60 °C, que contiene el aditivo, bajo agitación para provocar que experimente la reacción de apagado. Se aumenta la temperatura de reacción por medio del calor auto-generado mediante la adición de cal viva y alcanza 90 °C o más, por ejemplo. Por medio del método de apagado se puede obtener hidróxido de calcio que tiene un diámetro medio de partícula secundario de 1,0 a 7 µm.

(Método de reacción)

En segundo lugar, se puede producir el hidróxido de calcio para su uso en la presente invención haciendo reaccionar una disolución acuosa de sal de calcio soluble en agua con una disolución acuosa de hidróxido de metal alcalino en presencia de un aditivo. Más específicamente, se puede producir el hidróxido de calcio para su uso en la presente invención haciendo reaccionar una disolución acuosa de una sal de calcio soluble en agua tal como cloruro de calcio o nitrato de calcio con una disolución acuosa de un hidróxido de metal alcalino tal como hidróxido de sodio o hidróxido de potasio en presencia de al menos un compuesto basado en silicio. Preferentemente, la disolución acuosa de hidróxido de metal alcalino tiene un equivalente alcalino que es igual o mayor que el equivalente de calcio (preferentemente, un equivalente de 1,05 a 1,3 veces).

Después de la reacción, preferentemente el precipitado de color blanco obtenido se somete a envejecimiento mediante calentamiento a aproximadamente 60 a 150 °C, preferentemente a aproximadamente 80 a 120 °C, durante 0,5 a 4 horas y se somete a tratamiento superficial por medio de un tensioactivo aniónico o similar. Posteriormente, se puede escoger de forma apropiada filtración, lavado con agua, secado, molienda, clasificación y similar para producir el hidróxido de calcio. El hidróxido de calcio producido por medio del método de reacción tiene un diámetro medio de partícula secundario de aproximadamente 0,5 a 2 µm.

En tercer lugar, también se puede obtener el compuesto de hidróxido de calcio para su uso en la presente invención mediante adición de al menos un compuesto basado en silicio a una suspensión de partículas de hidróxido de calcio obtenida mediante adición de cal viva sobre agua para provocar que la cal viva experimente una reacción de apagado y a continuación envejecimiento de la mezcla resultante.

Preferentemente, el aditivo se encuentra presente en una cantidad de 0,01 a 7 % en peso, preferentemente de 0,05 a 7 % en peso, más preferentemente de 0,1 a 7 % en peso, basado en el hidróxido de calcio a producir. Cuando la cantidad es menor que 0,01 % en peso, el área superficial específica del compuesto de hidróxido de calcio a producir se hace más pequeña. Mientras tanto, cuando la cantidad es mayor que 7 % en peso, se supera el límite de disolución de sólidos con respecto a hidróxido de calcio.

En estos métodos de producción, no se revela qué efecto del aditivo aumenta los valores de área superficial BET de las partículas de hidróxido de calcio. No obstante, se asume que el aumento de área superficial BET tiene lugar porque tiene lugar la inhibición del desarrollo cristalino por parte del aditivo que actúa como inhibidor del desarrollo cristalino y controla la solubilidad del hidróxido de calcio.

De esta forma, también puede decirse que el hidróxido de calcio para su uso en la presente invención es hidróxido de calcio obtenido mediante:

- 60 (i) reacción de apagado de óxido de calcio en agua, o
 (ii) reacción de una sal de calcio soluble en agua con un hidróxido de metal alcalino,

en presencia de al menos un compuesto basado en silicio.

(Envejecimiento)

5 Aunque se puede obtener hidróxido de calcio que presenta una gran área superficial específica por medio del método anterior, se puede obtener hidróxido de calcio de mayor calidad por medio de envejecimiento de la mezcla de reacción tras la reacción. Se puede someter a envejecimiento la mezcla de reacción a una temperatura de 60 a 170 °C, preferentemente de 80 a 120 °C, del modo más preferido de 90 a 100 °C, durante 5 minutos a 3 horas, preferentemente de 10 minutos a 2 horas, más preferentemente de 20 minutos a 1 hora.

(Molienda)

10 Además, tras completarse la reacción o el envejecimiento, se puede moler el hidróxido de calcio obtenido en una suspensión, haciendo uso de medios de molienda tal como un molino de bolas en húmedo según se requiera. Además, tras el secado, se puede moler el hidróxido de calcio obtenido mediante el uso de un clasificador de circulación de aire, un dispositivo de molienda de circulación de aire o similar. De este modo, se pueden obtener
15 partículas que tienen un diámetro medio de partícula secundario menor que 2 µm.

(Tratamiento superficial)

20 Se puede someter a tratamiento superficial el hidróxido de calcio para su uso en la presente invención con un agente de tratamiento de superficie conocido de por sí, según se desee. Se puede mejorar su compatibilidad con una resina o similar por medio de tratamiento superficial.

25 Ejemplos ilustrativos de agente de agente de tratamiento superficial incluyen a) un ácido graso superior, (b) una sal de metal alcalino de un ácido graso superior, (c) un éster sulfúrico de un alcohol superior, (d) un tensioactivo aniónico, (e) un éster fosfórico, (f) un agente de acoplamiento (basado en silano, titanato o aluminio), (g) un éster de ácido graso de un poli(alcohol hídrico), (h) un éster de ácido graso de sorbitán y (i) un compuesto que se escoge entre el grupo que consiste en un compuesto basado en silicio, un compuesto basado en fósforo, un compuesto basado en aluminio, un ácido inorgánico y un ácido orgánico.

30 Ejemplos ilustrativos de agentes de tratamiento superficial que preferente se usan incluyen:

- a) ácidos grasos superiores que tienen 10 o más átomos de carbono tales como ácido esteárico, ácido erúxico, ácido palmítico, ácido laurico y ácido behénico;
- b) sales de metal alcalino de los ácidos grasos superiores anteriores;
- 35 c) ésteres sulfúricos de alcoholes superiores tales como alcohol estearílico y alcohol oleílico;
- d) tensioactivos aniónicos tales como éster sulfúrico de éter de polietilenglicol, éster sulfúrico con enlace de amida, éster sulfúrico con enlace de éster, sulfonato con enlace de amida, sulfonato con enlace de éter, sulfonato de alquilarilo con enlace de éter, sulfonato de alquilarilo con enlace de éster y sulfonato de alquilarilo con enlace de amida;
- 40 e) ésteres fosfóricos tales como ácido y sales de metal alcalino y sales de amina de una mezcla que comprende ácido ortofosfórico y monoéster y/o diéster de alcohol oleílico, alcohol estearílico o similar;
- f) agentes de acoplamiento de silano tales como vinil etoxisilano, vinil-tris(2-metoxi-etoxi)silano, γ -metacriloxipropil trimetoxisilano, γ -aminopropil trimetoxisilano, β -(3,4-epoxiciclohexil)etil trimetoxisilano, γ -glucidoxipropil trimetoxisilano y γ -mercaptopropil trimetoxisilano; agentes de acoplamiento basados en
45 titanato tales como titanato de isopropilo y triisosteatoilo, tris(dioctil pirofosfato)titanato de isopropilo, tris(N-aminoetil-aminoetil)titanato de isopropilo y titanato de bencenosulfonilo isopropilo y tridecilo; agentes de acoplamiento basados en aluminio tales como diisopropilato de acetalcoxi aluminio;
- g) ésteres de ácido graso de poli(alcoholes hídricos) tales como monoestearato de glicerina y monooleato de glicerina;
- 50 h) monoestearato de sorbitán; y
- i) compuestos basados en silicio, compuestos basados en fósforo y compuestos basados en aluminio que tienen $\text{Si}(\text{OH})_3^-$, $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, Cl^- , NO_3^- , H_2PO_4^- , $\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_7^-$, $\text{SiO}_2(\text{OH})_2^{2-}$, $\text{Si}_2\text{O}_6(\text{OH})_6^{2-}$, HPO_4^{2-} , $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_7^{2-}$, PO_4^{3-} , $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7^{3-}$, SiO_4^{4-} o $\text{Si}_4\text{O}_8(\text{OH})_4^{4-}$.

55 Las partículas de hidróxido de calcio se pueden someter a tratamiento superficial por medio de un proceso húmedo o seco conocido de por sí. Por ejemplo, en el proceso húmedo, se añade un agente de tratamiento superficial en forma de líquido o emulsión a la suspensión de partículas de hidróxido de calcio y se agita mecánicamente lo suficiente a una temperatura de aproximadamente 100 °C. En el método seco, se agitan las partículas de hidróxido de calcio por medio de un mezclador tal como un dispositivo de mezcla Henschel, se añade un agente de tratamiento superficial
60 en forma de líquido, emulsión o sólido y posteriormente se mezclan con o sin calentamiento. Se puede escoger de manera apropiada la cantidad de agente de tratamiento superficial. Preferentemente, no es mayor que aproximadamente 10 % basado en el peso de las partículas de hidróxido de calcio.

65 Las partículas de hidróxido de calcio se pueden formar en un producto final escogiendo y llevando a cabo medios tales como lavado con agua, deshidratación, granulado, secado, molienda o clasificación según se requiera.

Composición de resina

5 La composición de resina de la presente invención es una composición que comprende (i) 100 partes en peso de resina sintética, (ii) de 0,1 a 10 partes en peso, preferentemente de 0,2 a 7 partes en peso, más preferentemente de 0,5 a 3 partes en peso del hidróxido de calcio descrito anteriormente representado por medio de la fórmula anterior (1), y (iii) de 0,1 a 10 partes en peso de hidrotalcita.

10 (Resina sintética)

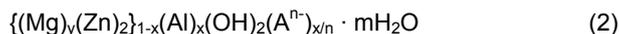
De manera general, la resina sintética es cualquier resina sintética usada como artículo moldeado. Ejemplos ilustrativos incluyen resinas termoplásticas tales como polímeros o copolímeros de olefina C2 a C8 (α -olefina), por ejemplo, polietileno, polipropileno, copolímero de etileno/propileno, polibuteno y poli-4-metilpenteno-1, copolímeros de estas olefinas, y dieno, copolímero de etileno-acrilato, poliestireno, resina de ABS, resina AAS, resina AS, resina MBS, resina de copolímero de cloruro de etilenvinilo, resina de copolímero de etileno/acetato de vinilo, resina de polímero injertado de etileno/cloruro de vinilo/acetato de vinilo, cloruro de vinilideno, poli(cloruro de vinilo), polietileno clorado, polipropileno clorado, copolímeros de cloruro de vinilo/propileno, resina de acetato de vinilo, resina fenoxi, poliacetil, poliamida, poliimida, policarbonato, polisulfona, poli(óxido de fenileno), poli(sulfuro de fenileno), poli(tereftalato de etileno), poli(tereftalato de butileno) y resina metacrílica; resinas termoestables tales como resina epoxi, resina de fenol, resina de melamina, resina de poliéster insaturado, resina alquídica y resina de urea; y cauchos sintéticos tales como EPDM, caucho de butilo, caucho de isopreno, SBR, NBR, polietileno clorosulfonado, NIR, caucho de uretano, caucho de butadieno, caucho acrílico, caucho de silicona y caucho de fluorocarbono.

La composición de resina de la presente invención se puede producir mezclando estas resinas sintéticas con el hidróxido de calcio anteriormente mencionado representado por medio de la fórmula (1) haciendo uso de un molino de rodillos o similar.

(Hidrotalcita)

30 Además del hidróxido de calcio representado por medio de la fórmula (1), la composición de resina de la presente invención contiene de 0,1 a 10 partes en peso, preferentemente de 0,2 a 7 partes en peso, más preferentemente de 0,5 a 3 partes en peso de hidrotalcita, basada en 100 partes en peso de resina sintética. La hidrotalcita puede ser hidrotalcita sintética o hidrotalcita natural.

35 Preferentemente, la hidrotalcita es una representada por medio de la fórmula siguiente (2).



40 En la fórmula (2), An- representa un anión n-valente que se escoge entre ClO_4^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} y sus mezclas. Se prefiere CO_3^{2-} .

Además, en la fórmula (2), (y + z) es 1, y x es un valor que satisface $0,1 \leq x \leq 0,5$, preferentemente $0,2 \leq x \leq 0,4$.

45 Además, y es un valor que satisface $0,5 \leq y \leq 1$, preferentemente $0,7 \leq y \leq 1$. Además, z es un valor que satisface $0 \leq z \leq 0,5$, preferentemente $0 \leq z \leq 0,3$. El valor de m satisface $0 \leq m \leq 1$, preferentemente $0 \leq m \leq 0,7$.

50 Preferentemente, la hidrotalcita presenta un diámetro medio de partícula secundario medido por medio de un método de dispersión de difracción láser no mayor que 2 μm . Es decir, preferentemente la mayoría de las partículas de la hidrotalcita son partículas principales que no experimentan una aglomeración secundaria, más preferentemente partículas que tienen un diámetro medio de partícula secundario de 0,4 a 1,0 μm .

Además, preferentemente la hidrotalcita tiene un área superficial específica medida por medio de un método BET de 1 a 30 m^2/g , más preferentemente de 5 a 20 m^2/g .

55 El método y las condiciones para producir la hidrotalcita no se encuentran particularmente limitados. Las materias primas y las condiciones de producción para obtener hidrotalcita resultan conocidos de por sí. Básicamente, la hidrotalcita se puede producir de acuerdo con un método conocido (referido a JP-B 46-2280 (el término "JP-B" según se usa en el presente documento significa "Publicación de Patente Japonesa Examinada") y su correspondiente patente de EE.UU. N.º. 3.650.704; JP-B 47-32198 y su correspondiente patente de EE.UU. N.º. 3.879.525; JP-B 50-30039; JP-B 48-29477; JP-B 51-29129, por ejemplo).

65 Como materias primas usadas para la producción en masa de hidrotalcita a escala industrial, sulfato de aluminio, cloruro de aluminio, aluminato de sodio e hidróxido de aluminio resultan apropiados como fuente de aluminio; agua de mar, cloruro de magnesio (salmuera, salmuera de iones), hidróxido de magnesio y óxido de magnesio resultan apropiados como fuente de magnesio; y sosa cáustica para uso industrial resulta apropiada como fuente alcalina. La

cal natural no resulta muy preferida ya que la cal es difícil de purificar. Además, se puede usar carbonato de sodio o dióxido de carbono para usos industriales como materia prima para los iones carbonato.

5 La hidrotalcita se puede calcinar antes de ser usada. Preferentemente, la temperatura de calcinación es de 200 °C o más, más preferentemente de 230 °C o mayor.

10 Preferentemente, la hidrotalcita se somete a tratamiento superficial. Como agentes de tratamiento superficial para ello, se pueden usar de igual forma los mismos agentes de tratamiento superficial que los usados para hidróxido de calcio representados por medio de la fórmula (1).

15 En cuanto a la proporción (en peso) entre hidróxido de calcio (CH) representada por medio de la fórmula (1) y la hidrotalcita (HT) que se mezclan en el interior de la resina sintética, preferentemente CH/HT es de 1/9 a 9/1, más preferentemente de 1/9 a 7/3, mucho más preferentemente de 2/8 a 6/4. En caso de hidrotalcita calcinada (HT), CH/HT es preferentemente de 1/9 a 9/1, mucho más preferentemente de 2/8 a 8/2.

20 La cantidad total de CH y HT presente en la resina sintética es típicamente de 0,1 a 10 partes en peso, preferentemente de 0,2 a 7 partes en peso, más preferentemente de 0,5 a 5 partes en peso, basado en 100 partes en peso de la resina sintética.

25 Además, cuando el hidróxido de calcio y la hidrotalcita contienen grandes cantidades de compuesto de hierro, compuesto de manganeso y similares como estabilizadores para las resinas sintéticas, la resistencia a la degradación térmica de la resina se ve afectada negativamente cuando son añadidos a la resina. Por consiguiente, de manera deseable, el contenido total de compuesto de hierro y de compuesto de manganeso no es mayor que 0,02 % en peso, en términos de metales (Fe + Mn).

30 Preferentemente, la resina sintética es poli(cloruro de vinilo) o caucho de fluorocarbono, y preferentemente el compuesto basado en silicio es sílice.

35 La composición de resina de la presente invención puede contener otros aditivos convencionales además de los componentes anteriores. Ejemplos ilustrativos de tales aditivos incluyen antioxidantes, agentes antiestáticos, pigmentos, agentes espumantes, plastificantes, rellenos, agentes de refuerzo, retardadores de llama halogenados orgánicos, agentes de reticulación, estabilizadores de luz, absorbedores de luz ultravioleta y lubricantes.

Artículo moldeado

40 La presente invención incluye un artículo moldeado que comprende la composición de resina anterior. Ejemplos específicos de artículo moldeado incluyen un tubo, una tubería, una junta, una película, un material de recubrimiento de cable para cables eléctricos, un marco de ventana, un recipiente de envase para alimentos, un chasis o componente para equipos electrónicos y un componente para automóviles.

Estabilizador para resinas sintéticas

45 Se puede usar el hidróxido de calcio anteriormente descrito como estabilizador para resinas sintéticas. Preferentemente, el estabilizador también comprende hidrotalcita (HT). Preferentemente, la hidrotalcita es una representada por medio de la fórmula (2).

50 Ac para la relación (en peso) entre CH y HT, CH/HT es preferentemente de 1/9 a 9/1, más preferentemente de 1/9 a 7/3, mucho más preferentemente de 2/8 a 6/4. Para la hidrotalcita calcinada (HT), CH/HT es preferentemente 1/9 a 9/1, más preferentemente de 2/8 a 8/2.

Ejemplos

55 A continuación se describirá la presente invención con detalle haciendo referencia a los Ejemplos. Se midieron la difracción de rayos-X, el área superficial específica BET y el diámetro medio de partícula secundario de la siguiente forma.

Difracción de rayos-X:

60 Se midió la difracción de rayos-X por medio de un método de difracción de rayos-X usando el difractor de rayos-X RINT2200V de Rigaku Corporation.

Área superficial específica BET:

65 Se midió el área superficial específica BET por medio de un método de adsorción de nitrógeno usando el dispositivo de medición de área superficial completamente automático MULTISORB 12 de Yuasa Ionics Inc.

Diámetro medio de partícula secundario:

5 Se midió el diámetro medio de partícula secundario por medio de un dispositivo de medición de la distribución de tamaño de partícula usando un método de dispersión de difracción láser de tipo MICROTRAC HRA de Nikkiso Co. Ltd.

(Ejemplos 1 a 3)

10 Se añadieron ,1,5 L de agua corriente y 0,3 % en peso (0,9 g), 0,5 % en peso (1,5 g) ó 1,0 % en peso (3,0 g) de dióxido de silicio hidratado (CARPLEX N° 80, contenido de SiO₂: 95 % en peso) de Shionogi & Co., Ltd como compuesto basado en silicio, basándose en el hidróxido de calcio a producir. Tras elevar la temperatura del agua hasta aproximadamente 60 °C, se añadieron 225 g de cal viva (CALCEED de Ube Material Industries, Ltd) bajo
15 agitación para provocar la reacción de apagado. Posteriormente, se agitó la mezcla resultante a 90 °C durante 30 minutos (se elevó la temperatura de reacción hasta 90 °C o más por medio del calor autogenerado). Tras enfriamiento, se pasó la mezcla resultante a través de un tamiz de tamaño 200, se filtró, deshidrató, secó y molió. El patrón de difracción de rayos-X del polvo obtenido mostró únicamente hidróxido de calcio. Por tanto, se encontró que había tenido lugar la producción de hidróxido de calcio obtenido a partir de la disolución de sólidos de dióxido de silicio. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, Aⁿ y x de la
20 disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

(Ejemplo 4) (ejemplo de referencia)

25 Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1 exceptuando que se usó 2,5 % en peso (7,5 g) de gel seco de hidróxido de aluminio (S-100, contenido de Al: 28,6 % en peso) como compuesto basado en aluminio en lugar del compuesto basado en silicio. El patrón de difracción de rayos-X del polvo obtenido mostró únicamente hidróxido de calcio. Por tanto, se encontró que había tenido lugar la producción de hidróxido de calcio formado por una disolución de sólidos de óxido de aluminio. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, Aⁿ y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

30 (Ejemplo 5) (ejemplo de referencia)

35 Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1 exceptuando que en lugar de compuesto basado en silicio, se usaron 5 % en peso (15 g) de polifosfato de sodio (polifosfato de sodio: 26 % en peso, metasfosfato de sodio: 72 % en peso, pirofosfato de sodio anhidro: 2 % en peso) de ORGANO CORPORATION como compuesto basado en fósforo. El patrón de difracción de rayos X del polvo obtenido mostró únicamente hidróxido de calcio. Por tanto, se encontró que había tenido lugar la producción de hidróxido de calcio obtenido a partir de una disolución de sólidos de ácido fosfórico. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, Aⁿ y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

40 (Ejemplos 6 y 7) (ejemplos de referencia)

45 Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1 exceptuando que en lugar del compuesto basado en silicio, se usó 20 ml de ácido nítrico de 1 mol/l o 20 ml de ácido clorhídrico de 1 mol/l como ácido inorgánico. El patrón de difracción de rayos-X del polvo obtenido mostró únicamente hidróxido de calcio. Por tanto, se encontró que había tenido lugar la producción de hidróxido de calcio formado a partir de una disolución de sólidos con el ácido inorgánico. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, Aⁿ y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

50 (Ejemplos 8 a 11) (ejemplos de referencia)

55 Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1 exceptuando que en lugar del compuesto basado en silicio, se usó 1,0 % en peso (3 g), 2,0 % en peso (6 g) ó 3,0 % en peso (9 g) de citrato de sodio (contenido: 99 % en peso) o 1,0 % en peso (3 g) de ácido tartárico (contenido: 97 % en peso) como ácido orgánico o una de sus sales. El patrón de difracción de rayos-X del polvo obtenido mostró únicamente hidróxido de calcio. Por tanto, se encontró que había tenido lugar la producción de hidróxido de calcio formado a partir de una disolución de sólidos con el ácido orgánico. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, Aⁿ y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

60 (Ejemplos 12 y 13) (ejemplos de referencia)

65 Se colocó una suspensión de hidróxido de calcio obtenida mediante adición de 0,5 ó 1,0 % en peso del dióxido de silicio hidratado del Ejemplo 1 en un autoclave de 1 l para someterla a tratamiento hidrotérmico a 120 °C durante 2 horas. Tras enfriar, se pasó la cera de suspensión resultante a través de un tamiz de tamaño 200, se filtró, deshidrató, secó y molió. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, Aⁿ y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

(Ejemplos 14 y 15) (ejemplos de referencia)

5 Tras obtener una suspensión de hidróxido de calcio mediante adición de 0,5 % en peso del dióxido de silicio hidratado del Ejemplo 1 ó 2,0 % en peso de citrato de sodio del Ejemplo 5 se calentó a 80 °C, se añadió 5 % en peso de disolución de estearato de sodio (80 °C) bajo agitación para someter el hidróxido de calcio a tratamiento superficial. Tras enfriar, se hizo pasar la suspensión resultante a través de un tamiz de tamaño 200, se filtró, deshidrató, secó y molió. Se añadió estearato de sodio en tal cantidad que pudiera recubrir la superficie del hidróxido de calcio por medio de una capa mono-molecular. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, A^{n-} y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

(Ejemplo 16) (Ejemplos de referencia)

15 Se molió una suspensión de hidróxido de calcio obtenida añadiendo 0,5 % en peso del dióxido de silicio hidratado del Ejemplo 1 usando DYNO-MILL de SHINMARU ENTREPREISES CORPORATION como molino de bolas en húmedo con un diámetro de bolita de vidrio de 0,5 mm, un velocidad periférica del disco de 10 m/s y una velocidad de alimentación de la suspensión de 250 l/h, se filtró, deshidrató, secó y molió. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, A^{n-} y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

20 (Ejemplos 17 a 19) (ejemplos de referencia)

Se repitió el procedimiento del Ejemplo exceptuando que no se llevó a cabo el envejecimiento (agitación a 90 °C durante 30 minutos) tras completar la reacción de apagado. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, A^{n-} y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

25 (Ejemplo 20)

Se introdujeron 500 l de agua en un tanque de reacción de 2 m³ y se añadieron 427 l de hidróxido de sodio de 3 mol/l, 4,0 l de silicato de sodio N^o. 3 (vidrio soluble) de 6,6 mol/l en forma de SiO₂ y 160 l de cloruro de calcio de 4 mol/l en 30 minutos, respectivamente, y se hizo reaccionar a 40 °C durante 30 minutos. Se filtró, secó y molió el producto de reacción. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, A^{n-} y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

35 (Ejemplo comparativo 1)

Se añadió 1,5 l de agua corriente a un matraz de 3 litros. Tras elevar la temperatura del agua hasta aproximadamente 60 °C, se añadieron 225 g de cal viva para provocar la reacción de apagado. A continuación, se agitó la mezcla resultante a 90 °C durante 30 minutos (se elevó la temperatura de reacción hasta 90 °C o más por medio del calor auto-generado). Tras enfriar, se hizo pasar la mezcla a través de un tamiz de tamaño 200, se filtró, deshidrató, secó y molió. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, A^{n-} y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

(Ejemplo comparativo 2)

45 Se añadió 1,5 l de agua corriente a un matraz de 3 litros. Tras elevar la temperatura del agua hasta aproximadamente 60 °C, se añadieron 225 g de cal viva para provocar la reacción de apagado. Se añadió dióxido de silicio hidratado (CARPLEX N^o. 80, contenido de SiO₂: 95 % en peso) de Shionogi & Co., Ltd a la disolución de hidróxido de calcio obtenida, en una cantidad correspondiente a un rendimiento de 0,5 % en peso de hidróxido de calcio como compuesto basado en silicio, y se agitó la mezcla a 90 °C durante 30 minutos. Tras enfriar, se hizo pasar la mezcla a través de un tamiz de tamaño 200, se filtró, deshidrató, secó y molió. La Tabla 1 muestra el área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, A^{n-} y x de la disolución de sólidos de hidróxido de calcio.

Tabla 1

| | Tipo y cantidad de aditivo | Cond. de Envejec. | Área superficial específica BET (m ² /g) | Diámetro medio de partícula secundario (µm) | Tratamiento superficial | A ⁿ⁻ | x | Método de síntesis |
|-------|---|-------------------|---|---|-------------------------|---|-------|--------------------|
| Ej.1 | Dióxido de silicio hidratado, 0,3 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 28,3 | 3,50 | No llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,006 | Método de apagado |
| Ej.2 | Dióxido de silicio hidratado, 0,5 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 30,8 | 3,31 | No llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,01 | Método de apagado |
| Ej.3 | Dióxido de silicio hidratado, 1,0 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 35,8 | 2,95 | No llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,02 | Método de apagado |
| Ej.4 | Gel de aluminio, 2,5 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 15,0 | 6,32 | No llevado a cabo | Al(OH) ₄ ⁻ | 0,05 | Método de apagado |
| Ej.5 | Fosfato de sodio, 5,0 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 18,0 | 6,80 | No llevado a cabo | H ₂ PO ₄ ⁻ | 0,1 | Método de apagado |
| Ej.6 | Acido nítrico 1 mol/l, 20 ml | 90 °C, 0,5 horas | 8,6 | 3,83 | No llevado a cabo | NO ₃ ⁻ | 0,016 | Método de apagado |
| Ej.7 | Acido clorhídrico 1 mol/l, 20 ml | 90 °C, 0,5 horas | 9,5 | 3,79 | No llevado a cabo | Cl ⁻ | 0,01 | Método de apagado |
| Ej.8 | Citrato de sodio, 1,0 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 30,0 | 2,38 | No llevado a cabo | C ₆ H ₇ O ₇ ⁻ | 0,02 | Método de apagado |
| Ej.9 | Citrato de sodio, 2,0 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 28,3 | 2,57 | No llevado a cabo | C ₆ H ₇ O ₇ ⁻ | 0,04 | Método de apagado |
| Ej.10 | Citrato de sodio, 3,0 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 22,0 | 2,71 | No llevado a cabo | C ₆ H ₇ O ₇ ⁻ | 0,06 | Método de apagado |
| Ej.11 | Acido tartárico, 1,0 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 23,0 | 2,55 | No llevado a cabo | C ₄ H ₅ O ₅ ⁻ | 0,02 | Método de apagado |
| Ej.12 | Dióxido de silicio hidratado, 0,5 % en peso | 120 °C, 2 horas | 31,0 | 3,50 | No llevado a cabo | Si% (OH) ₂ ²⁻ | 0,01 | Método de apagado |
| Ej.13 | Dióxido de silicio hidratado, 1,0 % en peso | 120 °C, 2 horas | 36,0 | 3,00 | No llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,02 | Método de apagado |
| Ej.14 | Dióxido de silicio hidratado, 0,5 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 28,0 | 3,15 | Llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,01 | Método de apagado |
| Ej.15 | Citrato de sodio, 2,0 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 26,0 | 2,80 | Llevado a cabo | C ₆ H ₇ O ₇ ⁻ | 0,04 | Método de apagado |
| Ej.16 | Dióxido de silicio hidratado, 0,5 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 31,0 | 0,90 | No llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,01 | Método de apagado |

| | Tipo y cantidad de aditivo | Cond. de Envejec. | Área superficial específica BET (m ² /g) | Diámetro medio de partícula secundario (µm) | Tratamiento superficial | A ⁿ⁻ | x | Método de síntesis |
|---|---|-------------------|---|---|-------------------------|--|-------|--------------------|
| Ej.17 | Dióxido de silicio hidratado, 0,3 % en peso | - | 26,5 | 3,65 | No llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,006 | Método de apagado |
| Ej.18 | Dióxido de silicio hidratado, 0,5 % en peso | - | 29,0 | 3,42 | No llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,01 | Método de apagado |
| Ej.19 | Dióxido de silicio hidratado, 1,0 % en peso | - | 33,0 | 3,00 | No llevado a cabo | SiO ₂ (OH) ₂ ²⁻ | 0,02 | Método de apagado |
| Ej.20 | Silicato de sodio, 26,4 mol | - | 30,0 | 3,50 | No llevado a cabo | SiO(OH) ₃ ⁻ | 0,066 | Método de apagado |
| Ej. C.1 | No añadido | 90 °C, 0,5 horas | 1,9 | 6,48 | No llevado a cabo | - | - | Método de apagado |
| Ej. C.2 | Dióxido de silicio hidratado, 0,5 % en peso | 90 °C, 0,5 horas | 7,0 | 5,02 | No llevado a cabo | - | - | Método de apagado |
| Ej. : Ejemplo, Ej.C.: Ejemplo comparativo | | | | | | | | |

5 En los siguientes ejemplos, se llevaron a cabo (1) una medición del diámetro medio de partícula secundario, (2) una medición del área superficial específica BET, (3) un análisis de SiO₂, (4) un análisis de Al₂O₃ y (5) un análisis del metal, de la siguiente forma.

(1) Diámetro medio de partícula secundario

10 Se mide el diámetro medio de partícula secundario por medio de un método de dispersión de difracción láser usando un analizador de tamaño de partícula de tipo SPA [LEEDS & producto de NORTHROP INSTRUMENTS]. Más específicamente, se añadieron 700 mg de polvo de muestra a 70 ml de agua y se dispersaron por medio de ultrasonido (producto de NISSEI CO., LTD., MODEL US-300, corriente: 300 µA) durante 3 minutos. A continuación, se tomó una muestra de 2 a 4 ml de la disolución dispersada y se colocó en una cámara de muestra del analizador de tamaño de partícula anterior que contenía 250 ml de agua desgasificada. Tras activar el analizador y hacer circular la suspensión durante 8 minutos, se midió la distribución de tamaño de partícula. Se realizaron dos mediciones en total y se calculó la media aritmética de 50 % de los diámetros de partícula secundarios acumulados obtenidos en las mediciones y se tomó como diámetro medio de partícula secundario de la muestra.

20 (2) Área superficial específica por método BET

25 Se midió el área superficial específica por método BET de acuerdo con un método de adsorción de nitrógeno líquido. Es decir, se midió el área superficial específica por método BET mediante el uso de un dispositivo de método de adsorción de nitrógeno líquido (NOVA2000 de Yuasa Ionics Inc.). Se pesaron como muestra de forma precisa 0,5 g de polvo y se colocaron en una célula de medición y se pre-trataron a un valor de vacío de 10 mTorr o menor a 105 °C durante 30 minutos (instrumento: Desgasificador Flovac de Yuasa Ionics Inc.). Tras el pre-tratamiento, se enfrió la célula y se colocó en una cámara del dispositivo de medición para medir el área superficial específica.

30 (3) Análisis de SiO₂

35 Se analizó SiO₂ por medio de un método absorciométrico. De manera más específica, se pesaron 0,5 g de polvo de forma precisa como muestra y se colocaron en un crisol de platino, se añadieron 2 g de ácido bórico y 3 g de carbonato de sodio anhidro y se mezcló. Tras fundir a 950 °C durante 2 horas, se enfrió la mezcla resultante y se disolvió en 40 ml de ácido clorhídrico diluido y se ajustó la cantidad de la disolución hasta 250 ml mediante la adición de agua de intercambio iónico. Se tomó una muestra de 25 ml de la disolución y se transfirió a un matraz graduado de 100 ml, se añadieron 5 ml de disolución de molibdato de amonio (disolución de 10 %) y se añadió agua de

intercambio iónico para ajustar la cantidad de la disolución hasta 100 ml con el fin de preparar la disolución a medir. Se midió la absorbancia a 420 nm mediante el uso de un espectrofotómetro (espectrofotómetro de doble haz 150-20 de Hitachi, Ltd.).

5 (4) Análisis de Al_2O_3

Se midió Al_2O_3 por medio del método de formación de quelato. De manera más específica, se pesó de forma precisa 0,5 g de polvo como muestra y se colocaron en un vaso de precipitado de 100 ml, se añadieron 20 ml de ácido clorhídrico diluido y 15 ml de ácido perclórico y se calentó la mezcla a una temperatura de 150 °C a 200 °C durante 30 minutos. Una vez que calentada la mezcla, se añadió agua de refrigeración y se filtraron los materiales insolubles por medio del uso de papel de filtro para la determinación y se lavaron. Se combinaron el filtrado y el líquido de lavado y se ajustó de forma exacta hasta 250 ml para preparar la disolución a medir. Se tomaron 25 ml de la disolución a medir y se añadió agua de intercambio iónico para ajustar el pH hasta un valor de 3,0. Se añadió una disolución de Cu-PAN como indicador a la disolución a medir que tenía el pH ajustado y se sometió a valoración la disolución resultante mediante el uso de una disolución de $\text{EDTA}2\text{Na}$ de 0,01 mol/l al tiempo que se calentaba hasta ebullición. El punto final de la valoración es el momento en el que la disolución no cambia a un color naranja-amarillo incluso cuando se calienta durante 1 minuto o más.

20 (5) Análisis del metal

Se pesó de forma precisa una muestra de 0,5 g de polvo y se colocó en un vaso de precipitados de 100 ml, se añadieron 100 ml de ácido clorhídrico diluido y se disolvió el polvo de la muestra bajo calentamiento. Tras enfriar, se transfirió la mezcla hasta un matraz graduado de 100 ml y se ajustó la cantidad de disolución hasta 100 ml mediante la adición de agua de intercambio iónico para preparar la disolución a medir. Se midió la absorbancia a $\text{Mn} = 257,610 \text{ nm}$ y $\text{Fe} = 259,940 \text{ nm}$ mediante el uso de un espectrofotómetro de emisión de ICP (srs 1500VR de Seiko Instruments Inc.).

Ejemplos 21 a 25

30 Se añadieron 360 l de NaOH 4N, vidrio soluble (398 g/l) en las cantidades que se muestran en la Tabla 2 y 165 l de CaCl_2 4 mol/l a un tanque de reacción de 2 m^3 y se hicieron reaccionar a 40 °C durante 5 minutos. Se filtraron los productos de reacción obtenidos, se secaron y se molieron para obtener hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH21 a CH25. La Tabla 3 muestra los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CH21 a CH25.

35 Ejemplos 26 y 27 (Ejemplos de Referencia)

40 Se añadieron 360 l de NaOH 4N, aluminato de sodio (323 g/l) en las cantidades que se muestran en la Tabla 2 y 165 l de CaCl_2 de 4 mol/l a un tanque de reacción de 2 m^3 y se hicieron reaccionar a 40 °C durante 5 minutos. Se filtraron los productos de reacción obtenidos, se secaron y se molieron para obtener hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH26 y CH27. La Tabla 3 muestra los resultados de los análisis químicos y de las mediciones de las propiedades físicas de CH26 y CH27.

45 Ejemplos 28 a 30

50 Se añadió 1 m^3 de H_2O y vidrio soluble (398 g/l) en las cantidades que se muestran en la Tabla 2 a un tanque de reacción de 2 m^3 y se ajustó la temperatura interna del tanque de reacción hasta 60 °C. A continuación, también se añadieron 27 kg de cal viva. Mediante la adición de cal viva, se elevó la temperatura hasta aproximadamente 90 °C mediante calor de digestión. Se dejó reaccionar la mezcla en el estado durante 30 minutos. Se filtraron los productos de reacción obtenidos, se secaron y molieron para obtener los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH28 a CH30. La Tabla 3 muestra los resultados de los análisis químicos y de las mediciones de las propiedades físicas de CH28 y CH30.

55 Ejemplo comparativo 3

60 Se añadieron 360 l de NaOH 4N y 165 l de CaCl_2 (4 mol/l) a un tanque de reacción de 2 m^3 y se dejaron reaccionar a 40 °C durante 5 minutos. Se filtró el producto de reacción obtenido, se secó y molió para obtener el hidróxido de calcio en disolución que no contenía sólidos CHCE3. La Tabla 3 muestra los resultados de los análisis químicos y de las mediciones de las propiedades físicas de CHCE3.

Tabla 2

| | Aditivo tras la reacción | Cantidad de aditivo |
|------------|--------------------------|---------------------|
| Ejemplo 21 | Vidrio soluble | 0,6 l |
| Ejemplo 22 | Vidrio soluble | 1,2 l |
| Ejemplo 23 | Vidrio soluble | 3,6 l |
| Ejemplo 24 | Vidrio soluble | 6,0 l |
| Ejemplo 25 | Vidrio soluble | 8,4 l |
| Ejemplo 26 | Aluminato de sodio | 4,5 l |
| Ejemplo 27 | Aluminato de sodio | 7,6 l |
| Ejemplo 28 | Vidrio soluble | 0,8 l |
| Ejemplo 29 | Vidrio soluble | 2,4 l |
| Ejemplo 30 | Vidrio soluble | 4,0 l |

5

Tabla 3

| | Ej.C.3 | Ej. 21 | Ej. 22 | Ej. 23 | Ej. 24 | Ej. 25 | Ej. 26 | Ej. 27 | Ej. 28 | Ej. 29 | Ej. 30 |
|---|--|--------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|
| Cant. añadida a Ca(OH) ₂ | SiO ₂ : % en peso (Valor medido: % en peso) | 0 | 0,5 (0,49) | 1,0 (1,0) | 3,0 (2,8) | 5 (4,5) | 7 (6,9) | - | 1,0 (1,0) | 3,0 (2,9) | 5,0 (4,9) |
| | Al ₂ O ₃ : % en peso (Valor medido: % en peso) | - | - | - | - | - | 3 (2,9) | 5 (4,9) | - | - | - |
| Disolución de sólidos Ca(OH) ₂ | Diámetro medio de partícula secundario (µm) | 1,2 | 0,5 | 0,7 | 0,9 | 1,9 | 1,6 | 1,4 | 3,0 | 1,9 | 1,6 |
| | BET (m ² /g) | 9,8 | 11,0 | 13,9 | 21,9 | 25,7 | 10,5 | 12,1 | 33,0 | 36,0 | 38,0 |
| | A ^{h-} | - | SiO(OH) ₃ ⁻ | SiO(OH) ₃ ⁻ | SiO(OH) ₃ ⁻ | SiO(OH) ₃ ⁻ | Al(OH) ₄ ⁻ | Al(OH) ₄ ⁻ | SiO(OH) ₃ ⁻ | SiO(OH) ₃ ⁻ | SiO(OH) ₃ ⁻ |
| | X | - | 0,01 | 0,02 | 0,06 | 0,1 | 0,06 | 0,1 | 0,02 | 0,06 | 0,1 |
| Método de síntesis | Nº. | CHCE3 | CH21 | CH22 | CH23 | CH24 | CH25 | CH26 | CH27 | CH28 | CH29 |
| | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción |
| | | | | | | | | | | | Método de apagado |

Ej.: Ejemplo, Ej. C.: Ejemplo comparativo

Composiciones de resina (Ejemplos 31 a 37 y Ejemplo comparativo 4) (Ejemplos 36 y 37 son ejemplos de referencia)

5 Se prepararon las composiciones de resina que tenían la siguientes composiciones mediante el uso de hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH21 a CH27) o de hidróxido de calcio en disolución que no contenía sólidos CHCE3 obtenidas en los Ejemplos 21 a 27 y en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizador. Se midió la estabilidad térmica de la siguiente manera. Es decir, se amasó la composición de resina haciendo uso de un molino de rodillos a 180 °C durante 5 minutos para preparar un lámina de rodillo de 0,7 mm. Se cortó una pieza de muestra con un tamaño de 5 cm x 8 cm de la lámina, se introdujo en un horno a 180 °C y se sacó del horno cada 10 minutos para evaluar su estabilidad térmica. La evaluación se hizo basándose en el grado de deterioro de la resina indicado por medio de la coloración. Se midió el tiempo necesario para alcanzar cierto grado de tonalidad negra y se evaluó el color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica. La tabla 4 muestra los resultados.

Composiciones

| | | |
|----|--|---------|
| 15 | Poli(cloruro de vinilo) (grado de polimerización: 700) | 100 PHR |
| | Estearato de cinc | 0,3 PHR |
| | Estearoil benzoil metano | 0,2 PHR |
| | Estabilizador | 1,0 PHR |
| | Dipentaeritritol | 0,2 PHR |

(Ejemplo comparativo 5)

20 Se preparó una composición de resina similar a la del Ejemplo 31 mediante el uso de dióxido de silicio hidratado (CARPLEX N°. 80, contenido de SiO₂: 95 % en peso) de Shionogi & Co., Ltd., como estabilizador térmico y se midió su estabilidad térmica. La Tabla 4 muestra los resultados.

(Ejemplo comparativo 6)

25 Se mezclaron 50 kg de cal apagada y 1,5 kg de polvo de dióxido de silicio hidratado (CARPLEX N°. 80, contenido de SiO₂ : 95 %) de Shionogi & Co, Ltd., por medio del uso de un dispositivo de mezcla en V durante 2 horas para preparar una muestra de ensayo. Se preparó una composición de resina similar a la del Ejemplo 31 mediante el uso de la muestra de ensayo y se midió su estabilidad térmica. La Tabla 4 muestra los resultados.

30 Tabla 4 Composiciones de Resina

| Número | N°. de disolución de sólidos de Ca(OH) ₂ usada | Aditivo sólido disuelto en hidróxido de calcio | Cantidad de aditivo al hidróxido de calcio (% en peso) | Color en la primera etapa de la medición de estabilidad térmica* | Tiempo para el oscurecimiento** |
|--------|---|--|--|--|---------------------------------|
| Ej.C.4 | CHCE3 | - | - | ++++ | 100 |
| Ej. 31 | CH21 | Dióxido de silicio | 0,5 | ++ | 114 |
| Ej. 32 | CH22 | Dióxido de silicio | 1,0 | + | 129 |
| Ej. 33 | CH23 | Dióxido de silicio | 3,0 | + | 157 |
| Ej. 34 | CH24 | Dióxido de silicio | 5,0 | + | 143 |
| Ej. 35 | CH25 | Dióxido de silicio | 7,0 | ++ | 143 |
| Ej. 36 | CH26 | Oxido de aluminio | 3,0 | + | 129 |
| Ej. 37 | CH27 | Oxido de aluminio | 5,0 | + | 129 |
| Ej.C.5 | - | - | - | Negro | No medible |
| Ej.C.6 | - | Dióxido de silicio | 3,0 | ++++ | 90 |

Ej. : Ejemplo, Ej. C.: Ejemplo Comparativo
 *) Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incolore y transparente" se calificó como "+", "amarillo claro y transparente" se calificó como "++++" y las diferencias de color entre ellos se expresaron por el número de "+".
 **) Tiempo de oscurecimiento: tiempo para oscurecerse en comparación con el Ejemplo 4 se fijó en 100.

(Ejemplo 38) Tratamiento superficial

35 Se sometió a envejecimiento el hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH23) obtenido en el Ejemplo 23 bajo calentamiento a 60 °C durante 30 minutos. A continuación, se añadieron 5 l de NaOH y 20 l de H₂O a 1 kg de los agentes de tratamiento superficial A, B, J, L2 o L1 mostrados en la Tabla 1 y se agitó. Se añadieron las mezclas

resultantes al CH23 envejecida y se calentó a 60 °C para tratar superficialmente el CH23. De este modo, se prepararon los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos con superficie tratada CH23-A, CH23-B, CH23-J, CH23-L2 y CH23-L1. No obstante, en el caso de CH23-L2, se añadió 1 kg de agente de tratamiento superficial a CH23 envejecido.

Se prepararon composiciones de resina de igual forma que en el Ejemplo 31 exceptuando que se usaron estos CH23 con superficie tratada y se sometió a ensayo la estabilidad térmica y la coloración inicial de las composiciones. La Tabla 6 muestra los resultados. Como se observa en la Tabla 6, no existen diferencias en los resultados provocadas por el uso de agentes de tratamiento superficial diferentes.

Tabla 5

| Nº. de Disolución de sólidos de Ca(OH) ₂ | Nombre (abreviado) del agente de tratamiento superficial |
|---|--|
| CH23-A | Ácido esteárico (A) |
| CH23-B | Ácido oleico (B) |
| CH23-J | Éster fosfórico (J) |
| CH23-L2 | Vinilsilano (L2) |
| CH23-L1 | Ácido láurico (L1) |

Tabla 6

| Nº. de Disolución de sólidos de Ca(OH) ₂ | Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica | Tiempo para el oscurecimiento (minutos) |
|---|---|---|
| CH23-A | Incoloro y transparente | 55 |
| CH23-B | Incoloro y transparente | 55 |
| CH23-J | Incoloro y transparente | 55 |
| CH23-L2 | Incoloro y transparente | 55 |
| CH23-L1 | Incoloro y transparente | 55 |

(Ejemplo 39) Preparación de Hidróxido de calcio en disolución de sólidos

Se añadieron 360 l de NaOH 4N, vidrio soluble (398 g/l) en la cantidad que se muestra en la Tabla 7 y 165 l de CaCl₂ de 4 mol/l y se hicieron reaccionar a 40 °C durante 5 minutos. Se filtró el producto de reacción obtenido, se secó y se molió para obtener hidróxido de calcio en disolución de sólidos CH39. La Tabla 8 muestra los resultados del análisis químico y las mediciones de las propiedades físicas de CH39.

(Ejemplos 40 y 41)

Se prepararon los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH40 y CH41 de la misma forma que en el Ejemplo 39 exceptuando que se usó sílice amorfa sintética (SiO₂: 93 % en peso) en las cantidades que se muestran en la Tabla 7 en lugar de vidrio soluble. La Tabla 8 muestra los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CH40 y CH41.

(Ejemplo 42 y 43)

Se prepararon hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH42 y CH43 de la misma forma que en el Ejemplo 39 exceptuando que se usó tetraetoxisilano (SiO₂: 28 % en peso) en las cantidades que se muestran en la Tabla 7 en lugar de vidrio soluble. La Tabla 8 muestra los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CH42 y CH43.

Tabla 7

| Nº. | Aditivo tras la reacción | Cantidad de aditivo |
|------|--------------------------|---------------------|
| CH39 | Vidrio soluble | 0,66 l |
| CH40 | Sílice amorfa sintética | 0,53 kg |
| CH41 | Sílice amorfa sintética | 1,05 kg |
| CH42 | Tetraetoxisilano | 1,8 l |
| CH43 | Tetraetoxisilano | 2,7 l |

Tabla 8

| Cantidad añadida de Ca(OH) ₂ | | Ej. 39 | Ej. 40 | Ej. 41 | Ej. 42 | Ej. 43 |
|--|---|-----------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| SiO ₂ : % en peso | | 0,05 | 1,0 | 2,0 | 1,0 | 1,5 |
| (Valor medido: % en peso) | | (0,1) | (0,9) | (1,7) | (0,9) | (1,4) |
| Nº. de disolución de sólidos de Ca(OH) ₂ | | CH39 | CH40 | CH41 | CH42 | CH43 |
| An- | | SiO(OH) ₃ ⁻ | SiO(OH) ₃ ⁻ | SiO(OH) ₃ ⁻ | SiO ₄ ⁻ | SiO ₄ ⁻ |
| x | | 0,001 | 0,02 | 0,04 | 0,02 | 0,03 |
| SiO ₂ sólidos- Ca(OH) ₂ disuelto | Diámetro medio de partícula secundario (µm) | 1,2 | 1,09 | 1,7 | 0,8 | 0,8 |
| | BET (m ² /g) | 11,5 | 15,5 | 20,7 | 16,1 | 19,8 |
| Método de síntesis | | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción | Método de reacción |
| Ej.: Ejemplo | | | | | | |

(Ejemplo de Referencia 1) Preparación de HT1

5 Se transfirió salmuera purificada (MgCl₂ = 312,1 g/l) a un tanque de ajuste de la concentración y se añadió sulfato de aluminio (Al₂O₃ = 106,8 g/l) para preparar una disolución mixta (A) que tenía una concentración de Mg de 1,95 mol/l y una concentración de Al de 0,847 mol/l. A continuación, se transfirió sosa cáustica (48,7 %) a otro tanque de ajuste de la concentración y se añadieron carbonato de sodio en polvo (Na₂CO₃ = 99,9%) y agua para preparar una disolución acuosa (B) que contenía 3 mol/l de NaOH y 0,23 mol/l de Na₂CO₃.

10 Se añadieron de forma simultánea 1,18 l de disolución mixta (A) y 2,2 l de disolución acuosa (B) a un tanque de reacción que contenía agua, bajo agitación hasta que el tiempo de estancia alcanzó 60 minutos, obteniéndose de esta forma una suspensión de reacción de hidrotalcita. Se tomó una muestra de 800 l de suspensión de reacción y se retuvo en un autoclave bajo agitación a 170 °C durante 6 horas con el fin de someter a envejecimiento la suspensión de reacción bajo calentamiento. Tras enfriar, se transfirió la suspensión a un tanque de tratamiento superficial y se calentó a 80 °C, bajo agitación, se añadieron gradualmente 2 kg de estearato de sodio (C₁₇H₃₆COONa = 93,4 %) disueltos en 50 l de agua caliente a 80 °C y se agitó la mezcla resultante durante 30 minutos para completar el tratamiento superficial. Se separaron los sólidos mediante filtración, se lavaron, se secaron por medio de un dispositivo de secado de aire caliente, se molieron por medio de un molino de martillos y se tomaron como muestra.

20 Como resultado del análisis se obtuvo HT1, encontrándose que su fórmula de composición fue Mg_{0,7}Al_{0,3}(OH)₂(CO₃)_{0,15} · 0,5H₂O. La Tabla 9 muestra los resultados de análisis químico y las mediciones de las propiedades físicas.

(Ejemplo de referencia 2) Preparación de HT2

30 Se repitió el procedimiento del Ejemplo de Referencia 1 exceptuando que se usaron salmuera iónica y cloruro de cinc como materias primas en lugar de salmuera purificada. De manera más específica, se transfirió salmuera iónica (MgCl₂ = 168, 2 g/l) a un tanque de ajuste de la concentración, y se añadieron cloruro de cinc (ZnCl₂ = 572,7 g/l) y sulfato de aluminio (Al₂O₃ = 106,8 g/l) para preparar una disolución mixta con una concentración de Mg de 1,05 mol/l, una concentración de Zn de 0,42 mol/l y una concentración de Al de 0,63 mol/l. Se retiró el precipitado de sulfato de calcio producido en el tanque de mezcla por medio de filtración, obteniéndose de este modo una disolución (A). A continuación, se transfirió sosa cáustica (NaOH = 48,7%) a otro tanque de ajuste de la concentración y se añadieron carbonato de sodio en polvo (Na₂CO₃ = 99,9 %) y agua para preparar una disolución acuosa (B) que contenía 3 mol/l de NaOH y 0,225 mol/l de Na₂CO₃.

40 Se añadieron de forma simultánea 1 l de disolución (A) y 1,4 l de disolución (B) a un tanque de reacción que contenía agua, bajo agitación hasta que el tiempo que estancia se hizo de 60 minutos, obteniéndose de esta forma una suspensión de reacción de HT. Se tomó una muestra de 800 l de suspensión de reacción y se retuvo en un autoclave bajo agitación a 140 °C durante 6 horas con el fin de someter a envejecimiento la suspensión de reacción bajo calentamiento. Tras enfriar, se transfirió la suspensión a un tanque de tratamiento superficial y se calentó a 80 °C, bajo agitación, se añadieron gradualmente 1,3 kg de estearato de sodio disueltos en 50 l de agua caliente a 80 °C y se agitó la mezcla resultante durante 30 minutos para completar el tratamiento superficial. Se separaron los sólidos mediante filtración, se lavaron, se re-emulsionaron, se secaron por pulverización y se tomaron como muestra.

50 Como resultado del análisis se obtuvo HT2, encontrándose que su fórmula de composición fue Mg_{0,5}Zn_{0,2}Al_{0,3}(OH)₂(CO₃)_{0,15} · 0,55H₂O. La Tabla 9 muestra los resultados de análisis químico y las mediciones de las propiedades físicas.

(Ejemplo de referencia 3) Preparación de HT3

- 5 Se calcinó el compuesto de hidrotalcita HT1 obtenido en el Ejemplo de Referencia 1 a 240 °C para preparar un compuesto de hidrotalcita HT3. La Tabla 9 muestra los resultados de análisis químico y las mediciones de las propiedades físicas.

(Ejemplo de referencia 4) Preparación de HT 4

- 10 Se calcinó el HT2 obtenido en el Ejemplo de Referencia 2 a 240 °C para preparar un compuesto de hidrotalcita HT4. La Tabla 9 muestra los resultados de análisis químico y las mediciones de las propiedades físicas.

Tabla 9

| | Ej. R. 1 | Ej. R. 2 | Ej. R. 3 | Ej. R. 4 |
|---|----------|----------|----------|----------|
| Nº. de hidrotalcita | HT1 | HT2 | HT3 | HT4 |
| Área superficial específica por el método BET (m ² /g) | 10,4 | 7,1 | 9,4 | 8,0 |
| Diámetro medio de partícula secundario (µm) | 0,4 | 0,5 | 0,4 | 0,7 |
| Fe (% en peso) | 0,0019 | 0,0072 | 0,0030 | 0,0072 |
| Mn (% en peso) | 0,0004 | 0,0004 | 0,0004 | 0,0003 |
| Ej. R. : Ejemplo de referencia | | | | |

- 15 **Composiciones de resina (Ejemplos 44 a 61 y Ejemplo comparativo 7) (Ejemplos 46 y 47 y Ejemplos de referencia)**

20 Se prepararon las composiciones de resina que tenían la siguiente composición (A) mediante el uso de hidróxidos de calcio de disolución de sólidos (CH39 y CH25) obtenidos en los Ejemplos 39 y 25, las hidrotalcitas (HT1 y HT2) obtenidas en los Ejemplos de Referencia 1 y 2 y el hidróxido de calcio en disolución que no contenía sólidos (CHCE3) obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizadores. Se amasó la composición de resina mediante el uso de rodillos a 180 °C durante 5 minutos para preparar una lámina de rodillo de 0,7 mm. La Tabla 10 muestra las composiciones de los estabilizadores.

25 Se cortó una pieza de muestra de la lámina que tenía un tamaño de 5 cm x 8 cm, se colocó en un horno y se calentó a 190 °C y se sacó del horno cada 10 minutos para evaluar su estabilidad térmica. La evaluación se realizó, basándose en el grado de deterioro de la resina indicado por la decoloración. Se midió el tiempo requerido para alcanzar cierto grado de oscurecimiento, y se evaluó el color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica. La Tabla 10 muestra los resultados.

30 Composición (A)

| | |
|--|---------|
| Poli(cloruro de vinilo) (grado de polimerización: 700) | 100 PHR |
| Estearato de cinc | 0,3 PHR |
| Estearoil benzoil metano | 0,2 PHR |
| Dipentaeritritol | 0,2 PHR |
| Estabilizador | 1,0 PHR |

Tabla 10

| Ej. N°. | Ej. C. 7 | Composición de estabilizador (proporción en peso) | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|----------|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| | | 44 | 45 | 46 | 47 | 48 | 49 | 50 | 51 | 52 | 53 | 54 | 55 | 56 | 57 | 58 | 59 | 60 | 61 |
| Hidróxido de calcio en disolución que no contiene sólidos (CHCE3) | 100 | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH39) | 100 | | | | | 95 | 90 | 80 | 50 | 40 | 30 | 20 | 10 | 5 | 90 | 50 | 10 | | |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH25) | | 100 | | | | | | | | | | | | | | | | 50 | 50 |
| Hidrotalcita (HT1) | | | | 100 | | 5 | 10 | 20 | 50 | 60 | 70 | 80 | 90 | 95 | | | | 50 | |
| Hidrotalcita (HT2) | | | | | 100 | | | | | | | | | | 10 | 50 | 90 | | 50 |
| Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica * | ++++ | +++ | +++ | ++ | + | +++ | ++ | ++ | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Tiempo hasta el oscurecimiento ** | 100 | 100 | 125 | 120 | 105 | 110 | 110 | 120 | 150 | 150 | 200 | 150 | 150 | 150 | 120 | 150 | 100 | 150 | 150 |

Ej. C.: Ejemplo Comparativo

*) Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incoloro y transparente" se calificó como "+", "amarillo claro y transparente" se calificó como "++++" y las diferencias de color entre ellos se expresaron por el número de "+".

**) Tiempo de oscurecimiento: tiempo para oscurecerse en el Ejemplo 44 se fijó en 100.

(Ejemplos 62 a 84 y Ejemplo comparativo 8) (Ejemplos 63-66 y Ejemplos de referencia) Composiciones de resina

5 Se prepararon las composiciones de resina con la siguiente composición (B) mediante el uso de los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos (CH23, CH26 y CH29) obtenidos en los Ejemplos 23, 26 y 29, los compuestos de hidrotalcita (HT1 a HT4) obtenidos en los Ejemplos de Referencia 1 a 4 y el hidróxido de calcio en disolución que no contenía sólidos (CHCE3) obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizadores. Se amasó al composición de resina mediante el uso de rodillos a 180 °C durante 5 minutos para preparar una lámina de rodillo de 0,7 mm. Se evaluó la estabilidad térmica de la lámina de la misma forma que en el Ejemplo 44. La Tabla 11 muestra los resultados de las composiciones de los estabilizadores. Composición H

10

| | |
|---|---------|
| Poli(cloruro de vinilo) (grado de polimerización: 1000) | 100 PHR |
| Dibenzoilmetano | 0,1 PHR |
| Dipentaeritritol | 0,2 PHR |
| D xiyol G32 | 0,2 PHR |
| Estearato de cinc | 0,8 PHR |
| Estearato de calcio | 0,4 PHR |
| METABLEM P-501 | 0,5 PHR |
| CCR | 4,0 PHR |
| Estabilizador | 1,0 PHR |

Tabla 11

| Ej. N°. | Composición de estabilizador (proporción en peso) | | | | | | | | | | | |
|---|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|----|
| | Ej. C. 8 | 62 | 63 | 64 | 65 | 66 | 67 | 68 | 69 | 70 | 71 | 72 |
| Hidróxido de calcio en disolución que no contiene sólidos (CHCE3) | 100 | | | | | | | | | | | |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH23) | | 100 | | | | | 80 | 60 | 50 | 40 | 20 | 80 |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH26) | | | | | | | | | | | | |
| Compuesto de hidróxido de calcio (CH29) | | | | | | | | | | | | |
| Hidrotalcita (HT1) | | | 100 | | | | 20 | 40 | 50 | 60 | 80 | |
| Hidrotalcita (HT2) | | | | 100 | | | | | | | | 20 |
| Hidrotalcita (HT3) | | | | | 100 | | | | | | | |
| Hidrotalcita (HT4) | | | | | | 100 | | | | | | |
| Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica * | ++++ | +++ | ++ | + | ++ | +++ | +++ | + | + | + | + | + |
| Tiempo hasta el oscurecimiento ** | 80 | 100 | 100 | 100 | 120 | 40 | 100 | 110 | 120 | 110 | 110 | 90 |

Ej. C.: Ejemplo Comparativo

*) Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incolore y transparente" se calificó como "+", "amarillo claro y transparente" se calificó como "++++" y las diferencias de color entre ellos se expresaron por el número de "+".

**) Tiempo de oscurecimiento: tiempo para oscurecerse en el Ejemplo 62 se fijó en 100.

Tabla 11 (continuación)

| Ej. N°. | Composición de estabilizador (proporción en peso) | | | | | | | | | | | | |
|---|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|----|----|-----|-----|-----|----|
| | 73 | 74 | 75 | 76 | 77 | 78 | 79 | 80 | 81 | 82 | 83 | 84 | |
| Hidróxido de calcio en disolución que no contiene sólidos (CHCE3) | | | | | | | | | | | | | |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH23) | 60 | 50 | 40 | 20 | 80 | 50 | 20 | 80 | 50 | 20 | | | |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH26) | | | | | | | | | | | 50 | | |
| Compuesto de hidróxido de calcio (CH29) | | | | | | | | | | | | | 50 |
| Hidrotalcita (HT1) | | | | | | | | | | | 50 | | 50 |
| Hidrotalcita (HT2) | 40 | 50 | 60 | 80 | | | | | | | | | |
| Hidrotalcita (HT3) | | | | | 20 | 50 | 80 | | | | | | |
| Hidrotalcita (HT4) | | | | | | | | 20 | 50 | 80 | | | |
| Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica * | + | ++ | ++ | ++ | + | ++ | ++ | ++ | ++ | ++ | + | + | + |
| Tiempo hasta el oscurecimiento ** | 100 | 100 | 100 | 100 | 130 | 110 | 100 | 70 | 90 | 100 | 130 | 130 | |

Ej. C.: Ejemplo Comparativo

*) Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incolore y transparente" se calificó como "+", "amarillo claro y transparente" se calificó como "++++" y las diferencias de color entre ellos se expresaron por el número de "+".

**) Tiempo de oscurecimiento: tiempo para oscurecerse en el Ejemplo 62 se fijó en 100.

(Ejemplos 85 a 94 y Ejemplo Comparativo 9) Composiciones de resina

Se prepararon las composiciones de resina con la siguiente composición (C) mediante el uso de los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos (CH22, CH40 y CH42) obtenidos en los Ejemplos 22, 40 y 42, la hidrotalcita (HT1) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 y el hidróxido de calcio en disolución que no contenía sólidos (CHCE3) obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizadores. Se amasó al composición de resina mediante el uso de rodillos a 180 °C durante 5 minutos para preparar una lámina de rodillo de 0,7 mm. Se evaluó la estabilidad térmica de la lámina de la misma forma que en el Ejemplo 44. La Tabla 12 muestra los resultados de las composiciones de los estabilizadores.

5
10

Composición (C)

| | |
|---|---------|
| Poli(cloruro de vinilo) (grado de polimerización: 1000) | 100 PHR |
| Dibenzoilmetano | 0,1 PHR |
| Dipentaeritritol | 0,2 PHR |
| D xiyol G32 | 0,2 PHR |
| Estearato de cinc | 0,6 PHR |
| Estearato de calcio | 0,2 PHR |
| Carbonato de calcio pesado | 3,0 PHR |
| Estabilizador | 0,5 PHR |

Tabla 12

| Ej. N°. | Composición de estabilizador (proporción en peso) | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|--|--|--|
| | Ej. C. 9 | 85 | 86 | 87 | 88 | 89 | 90 | 91 | 92 | 93 | 94 | | | |
| Hidróxido de calcio en disolución que no contiene sólidos (CHCE3) | 100 | | | | | | | | | | | | | |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH22) | | 100 | | | 80 | 60 | 50 | 40 | 20 | | | | | |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH40) | | | 100 | | | | | | | | 50 | | | |
| Hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH42) | | | | 100 | | | | | | 50 | | | | |
| Hidrotalcita (HT1) | | | | | 20 | 40 | 50 | 60 | 80 | 50 | 50 | | | |
| Color en la primera etapa de medición de la estabilizador térmico * | ++++ | +++ | +++ | +++ | ++ | ++ | + | + | + | + | + | | | |
| Tiempo hasta el oscurecimiento ** | 100 | 100 | 100 | 100 | 130 | 130 | 130 | 130 | 130 | 150 | 130 | | | |

Ej.: Ejemplo, Ej. C.: Ejemplo Comparativo

*) Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incolore y transparente" se calificó como "+", "amarillo claro y transparente" se calificó como "++++" y las diferencias de color entre ellos se expresaron por el número de "+".

**) Tiempo de oscurecimiento: tiempo para oscurecerse en el Ejemplo 85 se fijó en 100.

(Ejemplo 95)

5 Se prepararon composiciones de resina que tenían la composición (B) mediante el uso de CH23-A, CH23-B, CH23-J, CH23-L2 y CH23-L1 preparados en el Ejemplo 38 y la hidrotalcita (HT-1) obtenida en el Ejemplo de Referencia 1 en una proporción (en peso) de 1:1 como estabilizadores. Se amasó la composición de resina mediante el uso de rodillos a 180 °C durante 5 minutos para preparar un lámina de rodillo de 0,7 mm. Se evaluó la estabilidad térmica de la lámina de la misma forma que en el Ejemplo 44. La Tabla 13 muestra los resultados.

Tabla 13

| Experimento N° | N° de disolución de Ca(OH) ₂ | Hidrotalcita | Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica | Tiempo hasta el oscurecimiento (minutos) |
|----------------|---|--------------|---|--|
| A | CH23-A | HT1 | Incoloro y transparente | 150 |
| B | CH23-B | HT1 | Incoloro y transparente | 150 |
| J | CH23-J | HT1 | Incoloro y transparente | 150 |
| L2 | CH23-L2 | HT1 | Incoloro y transparente | 150 |
| L1 | CH23-L1 | HT1 | Incoloro y transparente | 150 |

10

(Ejemplos 96 a 98 y Ejemplo Comparativo 10)

15 Se prepararon las composiciones de caucho de fluorocarbono que tenían la composición siguiente mediante el uso de rodillos refrigerados por agua y el hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH23 a CH25) obtenido en los Ejemplos 23 a 25 y el hidróxido de calcio en disolución que no contenía sólidos (CHCE3) obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizadores. Se llevó a cabo un vulcanizado principal a 170 °C durante 15 minutos. A continuación, se llevó a cabo un vulcanizado secundario a 230 °C durante 24 horas y se midieron las propiedades físicas. La Tabla 14 muestra los resultados de las mediciones.

20

Composición

Caucho de fluorocarbono DAI-EL G701 (producto de Daikin Industries, Ltd.) 100 phr
 MT BLACK Cancarb N-990 (producto de Cancarb Co., Ltd., Canada) 20 phr
 MgO MA-150 (producto de Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.) 3 phr
 Estabilizador 6 phr

25

Tabla 14

| N° de Ej. o Ej. C. | | Ej. 96 | Ej. 97 | Ej. 98 | Ej. C. 10 |
|------------------------|----------------|---|---|---|---|
| | Estabilizador | Hidróxido de calcio en disolución de sólidos CH23 | Hidróxido de calcio en disolución de sólidos CH24 | Hidróxido de calcio en disolución de sólidos CH25 | Hidróxido de calcio en disolución que no contiene sólidos CHCE3 |
| Curast; 170 °C, 15 min | ML (kg · f·om) | 1,4 | 1,5 | 1,5 | 1,5 |
| | MH (kg·f·cm) | 18,5 | 18,0 | 17,0 | 19,5 |
| | Ts2 (min) | 4,5 | 4,9 | 4,5 | 4,1 |
| | Tc10 (min) | 4,7 | 4,6 | 5,0 | 4,0 |
| | Tc50 (min) | 5,0 | 5,4 | 5,8 | 4,8 |
| | Tc90 (min) | 6,2 | 6,9 | 6,6 | 5,3 |
| | Tc95 (min) | 7,1 | 7,5 | 7,3 | 7,3 |

| Nº. de Ej. o Ej. C. | | Ej. 96 | Ej. 97 | Ej. 98 | Ej. C. 10 |
|--|--|--------|--------|--------|-----------|
| Esfuerzo de tracción (tras el vulcanizado secundario) | M100 (Esfuerzo de tracción de 100 % ₁ , kg-f/cm ²) | 53 | 52 | 50 | 62 |
| | TB (Resistencia a la tracción, kg-f/cm ²) | 150 | 160 | 183 | 163 |
| | EB (Estiramiento, %) | 200 | 220 | 240 | 180 |
| Dureza Hs | | 73 | 73 | 72 | 75 |
| Deformación por compresión a 225 °C, 24 h | | 14 | 13 | 12 | 18 |
| Ej.: Ejemplo, Ej. C.: Ejemplo Comparativo Curast: Medido de acuerdo con JIS K6300 Resistencia a la tracción: medida de acuerdo con JIS K6251 Dureza: medida de acuerdo con JIS K6262 Deformación por compresión: Medido de acuerdo con JIS K6262 | | | | | |

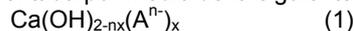
- 5 El hidróxido de calcio para su uso en la presente invención resulta útil como estabilizador para resinas sintéticas, por ejemplo, como neutralizador de ácidos o como agente de captura de halógenos. Además, la composición de resina de la presente invención se puede aplicar a varios campos de moldeo ya que presenta excelente estabilidad térmica y coloración inicial.

REIVINDICACIONES

1. Una composición de resina que comprende:

- 5 (i) 100 partes en peso de resina sintética,
 (ii) de 0,1 a 10 partes en peso de hidróxido de calcio

(a) representada por medio de la siguiente fórmula (1):



10 en la que n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2 y A^{n-} es SiO(OH)_3 ; SiO_4^{4-} o una de sus mezclas,

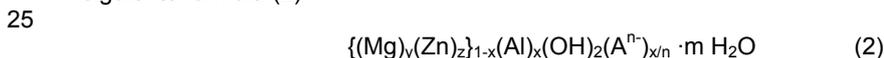
(b) que tiene un diámetro medio de partícula secundario medido por medio de un método de dispersión de difracción láser de 0,1 a 7 μm , y

15 (c) que tiene un área superficial específica por el método BET de 5 a 40 m^2/g y,

(iii) de 0,1 a 10 partes en peso de hidrotalcita.

20 2. La composición de resina de la reivindicación 1, en la que la resina sintética es poli(cloruro de vinilo) o caucho de fluorocarbono.

3. La composición de resina de la reivindicación 1, en la que la hidrotalcita está representada por medio de la siguiente fórmula (2):



25 en la que A^{n-} representa ClO_4^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} o una de sus mezclas y x, y, z y m satisfacen $y + z = 1$, $0,1 \leq x \leq 0,5$, $0,5 \leq y \leq 1,0$, $0 \leq z \leq 0,5$ y $0 \leq m < 1$.

30 4. La composición de resina de la reivindicación 1, en la que la proporción en peso CH/HT de (ii) hidróxido de calcio (CH) con respecto a (iii) hidrotalcita (HT) es de 1/9 a 9/1.

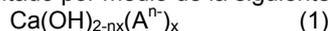
35 5. La composición de resina de la reivindicación 1, en la que la hidrotalcita es un producto que se puede obtener mediante calcinación a 200 °C o más.

40 6. La composición de resina de la reivindicación 1, en la que la hidrotalcita se somete a tratamiento superficial con al menos un agente de tratamiento de superficie que se escoge entre (a) un ácido graso superior, (b) una sal de metal alcalino de un ácido graso superior, (c) un éster sulfúrico de un alcohol superior, (d) un tensioactivo aniónico, (e) un éster fosfórico, (f) un agente de acoplamiento basado en silano, titanato o aluminio, (g) un éster de ácido graso de poli(alcohol hídrico), (h) un éster de ácido graso de sorbitán y (i) un compuesto que se escoge entre un compuesto basado en silicio, un compuesto basado en fósforo, un compuesto basado en aluminio, un ácido inorgánico y un ácido orgánico.

45 7. Un artículo moldeado que comprende la composición de resina que se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6.

8. El uso de un compuesto de hidróxido de calcio como estabilizador para resinas sintéticas, en el que el compuesto de hidróxido de calcio (CH)

50 (a) está representado por medio de la siguiente fórmula (1):



en la que n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2 y A^{n-} es SiO(OH)_3 ; SiO_4^{4-} o una de sus mezclas,

55 (b) tiene un diámetro medio de partícula secundario medido por medio de un método de dispersión de difracción láser de 0,1 a 7 μm , y

(c) tiene un área superficial específica por el método BET de 5 a 40 m^2/g y,

60 9. El uso de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el estabilizador comprende además hidrotalcita (HT) y muestra un valor de CH/HT (en peso) de 1/9 a 9/1.