

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 399 385**

51 Int. Cl.:

**C01F 11/02** (2006.01)

**C04B 26/02** (2006.01)

**C08K 3/22** (2006.01)

**C09C 1/02** (2006.01)

**C04B 22/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.11.2004 E 11167333 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.01.2013 EP 2366666**

54 Título: **Procedimiento para producir un compuesto de hidróxido de calcio**

30 Prioridad:

**13.11.2003 JP 2003383824**

**13.11.2003 JP 2003383825**

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

**01.04.2013**

73 Titular/es:

**KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD (100.0%)**  
**305 Yashimanishimachi**  
**Takamatsu-shi, Kagawa 761-0113, JP**

72 Inventor/es:

**SUZUKI, TAKAFUMI;**  
**MATSUSHIMA, MASATOSHI;**  
**MIYAUCHI, SEIJI;**  
**SAWA, YOSHIHARU y**  
**MANABE, HITOSHI**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

**ES 2 399 385 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**

Procedimiento para producir un compuesto de hidróxido de calcio.

**5 Campo técnico**

La presente invención se refiere a la producción de hidróxido de calcio formado por una disolución de sólidos con un compuesto específico, y la producción de una composición de resina que contiene el hidróxido de calcio.

**10 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 deteriorar durante una reacción de entrecruzamiento o un procedimiento de moldeo. Por lo tanto, para ello, se han utilizado como estabilizador un compuesto de plomo, un compuesto de organoestaño, y una sal de ácido orgánico de material compuesto basada en Cd/Ba, Ba/Zn o Ca/Zn. Sin embargo, la toxicidad de estos estabilizadores y la contaminación ambiental causada por estos estabilizadores han comenzado a ser reconocidos como problemas. Por lo tanto, se han desarrollado diversos estabilizadores que comprenden hidróxido de calcio, que es más seguro y menos costoso como componente principal para resinas sintéticas (remitirse a las Publicaciones de Patente 1 y 2).

Sin embargo, dado que la solubilidad de la cal viva en el agua es alta, el hidróxido de calcio es apto para experimentar crecimiento cristalino, tiene una pequeña área superficial específica (remitirse a la Publicación de Patente 3) y está limitado en la capacidad de captura de halógeno. Adicionalmente, cuando se añade un estabilizador basado en hidróxido de calcio a una resina sintética, la resina sintética resultante tiene problemas de escasa estabilidad térmica y capacidad de coloración inicial muy pobre en comparación con el caso en el que se añade a una resina sintética un compuesto de plomo o un compuesto orgánico de estaño.

A pesar de estos problemas, puesto que el hidróxido de calcio tiene una excelente seguridad y tiene un bajo coste, se espera que sea utilizado como un estabilizador para una resina sintética, y se ha deseado una mejora del mismo.

El documento GB 2194523 describe la preparación de la cal sodada, una mezcla sólida de hidróxido de calcio con una proporción menor en peso de hidróxido de sodio y/o hidróxido de potasio. El hidróxido de calcio se precipita en presencia de un aditivo que contiene silicio o aluminio, por ejemplo nitrato de aluminio o silicato de sodio, a partir de una disolución acuosa de una sal de calcio mediante adición de una disolución de hidróxido alcalino acuoso.

(Publicación de patente 1) JP-A 6-316662 (el término "JP-A" tal como se utiliza en la presente memoria significa "solicitud de patente japonesa publicada no examinada")

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

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

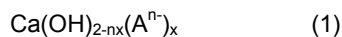
**Descripción de la invención**

Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar hidróxido de calcio que tiene una gran área superficial específica y excelente capacidad de neutralización de ácidos y captura de halógeno.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar una composición de resina que es excelente en estabilidad térmica a largo plazo durante el procesamiento, coloración inicial y capacidad de recibir un ácido producido por calor o un haz de electrones durante la fabricación secundaria o entrecruzamiento, y un artículo moldeado que comprende la composición de resina.

El autor de la presente invención ha encontrado que el hidróxido de calcio que tiene un área superficial específica muy grande puede ser producido en presencia de al menos un compuesto seleccionado del 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. La presente invención se ha completado basándose en este descubrimiento.

La presente invención proporciona un procedimiento para producir hidróxido de calcio de la siguiente fórmula (1), cuyo procedimiento comprende hacer reaccionar una disolución acuosa de una sal de calcio soluble en agua con una disolución acuosa de un hidróxido de metal alcalino en presencia de un aditivo,



(en donde n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2, y  $\text{A}^{n-}$  representa un anión derivado de al menos un compuesto seleccionado del 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),

en donde la disolución acuosa de una sal de calcio soluble en agua es cloruro de calcio o nitrato de calcio y la disolución acuosa de un hidróxido de metal alcalino es hidróxido de sodio o hidróxido de potasio y el aditivo es al

menos un compuesto seleccionado del 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, y en donde el aditivo está presente en una cantidad de 0,01 a 7% en peso basada en el hidróxido de calcio que se va a producir.

5 También se proporciona un procedimiento para producir 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 representado por la siguiente fórmula (1):



(en donde n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2, y A<sup>n-</sup> representa un anión derivado de al menos un compuesto seleccionado del 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),

15 cuyo procedimiento comprende:

- (i) producir hidróxido de calcio como se define en el procedimiento de la invención, y
- (ii) tratar adicionalmente el hidróxido de calcio obtenido de esta manera para producir una composición de resina.

**Efecto de la invención**

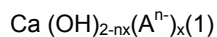
25 El hidróxido de calcio producido mediante el procedimiento de la presente invención tiene cristales finos debido a la inhibición del crecimiento de los cristales durante su procedimiento de producción. Por consiguiente, tiene una gran área superficial específica, es altamente activo y tiene una excelente capacidad de neutralización de ácidos y de captura de halógeno. Por lo tanto, se puede usar adecuadamente como un estabilizador para resinas sintéticas.

30 La composición de resina producida de acuerdo con la presente invención contiene el hidróxido de calcio anterior. El mismo, es excelente en estabilidad térmica, en particular en estabilidad térmica a largo plazo, y en capacidad de coloración inicial. Adicionalmente, tiene una excelente capacidad de recepción de un ácido producido por calor o un haz de electrones durante la fabricación secundaria o entrecruzamiento.

**35 Mejor modo de llevar a cabo la invención**

A continuación, la presente invención se describirá adicionalmente.

40 El hidróxido de calcio producido mediante el procedimiento de la presente invención puede ser representado por la siguiente fórmula (1).



45 En la fórmula anterior, n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2, y A<sup>n-</sup> representa un anión derivado de al menos un compuesto (en adelante puede ser referido como "aditivo") seleccionado del 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. Por lo tanto, n es la valencia del anión, x es un contenido en anión, y nx es su producto.

50 Los ejemplos ilustrativos de un anión monovalente representados por A<sup>n-</sup>(n = 1) incluyen SiO(OH)<sub>3</sub><sup>-</sup>, Al(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup> y C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>7</sub><sup>-</sup>. Los ejemplos ilustrativos de un anión divalente (n = 2) incluyen SiO<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub><sup>2-</sup>, Si<sub>2</sub>O<sub>6</sub>(OH)<sub>6</sub><sup>2-</sup>, HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup> y C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O<sub>7</sub><sup>2-</sup>. Los ejemplos ilustrativos de un anión trivalente (n = 3) incluyen PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> y C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub><sup>3-</sup>. Los ejemplos ilustrativos de un anión tetravalente (n = 4) incluyen SiO<sub>4</sub><sup>4-</sup> y Si<sub>4</sub>O<sub>8</sub>(OH)<sub>4</sub><sup>4-</sup>.

55 De éstos, se prefieren SiO(OH)<sub>3</sub><sup>-</sup>, SiO<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub><sup>2-</sup> y Al(OH)<sub>4</sub><sup>-</sup>.

Como A<sup>n-</sup>, puede esta contenida una pluralidad de aniones de diferentes tipos en el compuesto representado por la fórmula (1) simultáneamente. En este caso, un total de productos de las valencias de los aniones y los contenidos de los aniones se representa mediante nx.

60 x es de 0,001 a 0,2, preferiblemente de 0,005 a 0,15, más preferiblemente 0,01 a 0,1.

65 En otras palabras, el procedimiento de la presente invención incluye hidróxido de calcio formado de una disolución sólida con al menos un compuesto seleccionado del 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.

- 5 El compuesto basado en silicio es preferiblemente al menos un compuesto basado en silicio seleccionado del grupo que consiste de silicato alcalino, un silicato, ácido silícico hidratado, anhídrido de ácido silícico, ácido silícico cristalino (por ejemplo, cuarzo), sílice amorfa y un compuesto basado en organosilicio. La sílice (dióxido de silicio) es particularmente preferida. Los ejemplos preferidos del compuesto basado en organosilicio incluyen tetraetoxisilano, tetrametoxisilano, polimetoxisilano y un agente de acoplamiento de silano.
- 10 El compuesto basado en fósforo es preferiblemente al menos un compuesto basado en fósforo seleccionado del grupo que consiste en ácido fosfórico, ácido fosfórico condensado, ácido polifosfórico, y sus sales.
- 15 El compuesto basado en aluminio es preferiblemente al menos un compuesto basado en aluminio seleccionado del grupo que consiste en una sal de aluminio, hidróxido de aluminio cristalino e hidróxido de aluminio amorfo.
- El ácido inorgánico es preferiblemente al menos un ácido inorgánico seleccionado del grupo que consiste en ácido clorhídrico, ácido nítrico y ácido sulfúrico.
- El ácido orgánico es preferiblemente al menos un ácido orgánico seleccionado del grupo que consiste en ácido cítrico, ácido tartárico, ácido etilendiaminotetraacético, ácido málico, ácido succínico y sus sales.
- 20 El hidróxido de calcio producido mediante el procedimiento de la presente invención tiene preferiblemente un contenido de elemento cloro de no más de 0,05% en peso y un contenido de elemento sodio de no más de 20 ppm. El contenido de elemento sodio se mide mediante un método de absorción atómica, y el contenido del elemento cloro se mide por un método de absorciometría.
- 25 El hidróxido de calcio producido mediante el procedimiento de la presente invención tiene un diámetro medio de partícula secundario medido por un método de dispersión de difracción láser de 0,1 a 10  $\mu\text{m}$ , preferiblemente de 0,1 a 7  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente de 0,5 a 7  $\mu\text{m}$ . El hidróxido de calcio producido mediante el procedimiento de la presente invención tiene un área superficial específica medida mediante un método BET de 5 a 40  $\text{m}^2/\text{g}$ , preferiblemente de 10 a 30  $\text{m}^2/\text{g}$ .
- 30 (Método de producción)
- El hidróxido de calcio se produce:  
 haciendo reaccionar una sal de calcio soluble en agua con un hidróxido de metal alcalino,  
 en presencia de al menos un compuesto seleccionado del 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.
- 35 (Método de reacción)
- 40 El hidróxido de calcio se produce haciendo reaccionar una disolución acuosa de una sal de calcio soluble en agua con una disolución acuosa de un hidróxido de metal alcalino en presencia de un aditivo. Más específicamente, el hidróxido de calcio se produce 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 seleccionado del grupo que
- 45 consiste en un compuesto basado en silicio, un compuesto basado en fósforo, un compuesto basado en aluminio, un ácido inorgánico y un ácido orgánico. La disolución acuosa de hidróxido de metal alcalino tiene preferiblemente un equivalente de álcali que es igual o superior a un equivalente de calcio (preferiblemente de 1,05 a 1,3 veces equivalente).
- 50 Después de la reacción, el precipitado de color blanco obtenido se envejece preferiblemente calentando de aproximadamente 60 a 150°C, preferiblemente de aproximadamente 80 a 120°C, durante 0,5 a 4 horas y se somete a tratamiento de superficie mediante un tensioactivo aniónico o similar. A continuación, se pueden seleccionar según sea apropiado filtración, lavado con agua, secado, molienda, clasificación y similares, para producir el hidróxido de calcio. El hidróxido de calcio producido por el método de reacción tiene un diámetro medio de partícula secundario
- 55 de aproximadamente 0,5 a 2 micras.
- El aditivo está presente en una cantidad de 0,01 a 7% en peso, preferiblemente de 0,05 a 7% en peso, más preferiblemente de 0,1 a 7% en peso, basada en el hidróxido de calcio que se va a producir. Cuando la cantidad es menor de 0,01% en peso, el área superficial específica del compuesto de hidróxido de calcio que se produce se vuelve pequeña. En cambio, cuando la cantidad es superior al 7% en peso, el límite de disolución sólida con respecto al hidróxido de calcio se supera.
- 60 En estos métodos de producción, no se revela qué efecto del aditivo aumenta las áreas superficiales BET de las partículas de hidróxido de calcio. Sin embargo, se supone que el aumento en el área superficial BET se produce porque el crecimiento de cristales es inhibido por el aditivo que actúa como un inhibidor del crecimiento cristalino y controla la solubilidad del hidróxido de calcio.
- 65

(Envejecimiento)

5 Aunque se puede conseguir mediante el método anterior un hidróxido de calcio que tiene una gran área superficial específica, el hidróxido de calcio de mayor calidad se puede conseguir mediante el envejecimiento de la mezcla de reacción después de la reacción. La mezcla de reacción se puede envejecer de 60 a 170°C, preferiblemente de 80 a 120°C, más preferiblemente de 90 a 100°C, durante 5 minutos a 3 horas, preferiblemente de 10 minutos a 2 horas, más preferiblemente de 20 minutos a 1 hora.

10 (Molienda)

Además, después de la finalización de la reacción o el envejecimiento, el hidróxido de calcio obtenido se puede moler en una suspensión mediante métodos de molienda tales como un molino de bolas de tipo húmedo según se requiera. Adicionalmente, después del secado, el hidróxido de calcio obtenido se puede moler mediante el uso de un clasificador de flujo de aire, un molino de flujo de aire o similar. De ese modo, se pueden obtener partículas que tienen un diámetro medio de partículas secundario menor de 2 micras.

(Tratamiento de superficie)

20 El hidróxido de calcio producido mediante el procedimiento de la presente invención se puede someter a tratamiento de superficie con un agente de tratamiento de superficie conocido per se como se desee. La compatibilidad del mismo con una resina o similar se puede mejorar mediante el tratamiento de superficie.

25 Los ejemplos ilustrativos del agente de tratamiento de superficie 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 alcohol polihidroxilado, (h) un éster de ácido graso de sorbitán, e (i) un compuesto seleccionado de 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 Los ejemplos ilustrativos de agentes de tratamiento de superficie que se usan preferiblemente incluyen:

- 35 (a) ácidos grasos superiores que tienen 10 o más átomos de carbono tales como ácido esteárico, ácido erúrico, ácido palmítico, ácido láurico y ácido behénico;
- (b) sales de metales alcalinos de los ácidos grasos superiores anteriores;
- (c) ésteres sulfúricos de alcoholes superiores tales como alcohol estearílico y alcohol oleílico;
- (d) tensioactivos aniónicos tales como un éster sulfúrico de un éter de polietilenglicol, un éster sulfúrico del enlace amida, un éster sulfúrico del enlace éster, un sulfonato del enlace éster, un sulfonato del enlace amida, un sulfonato del enlace éter, un alquilarilsulfonato del enlace éter, un alquilarilsulfonato del enlace éster y un alquilarilsulfonato del enlace amida;
- 40 (e) ésteres fosfóricos tales como sales de metales de ácidos y bases y sales de amina de una mezcla que comprende ácido ortofosfórico y un monoéster y/o diéster de alcohol oleílico, alcohol estearílico o similares;
- (f) agentes de acoplamiento de silano tales como viniletosisilano, vinil-tris-(2-metoxi-etoxi)silano,  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxisilano,  $\gamma$ -aminopropiltrimetoxisilano,  $\beta$ -(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxisilano;  $\gamma$ -glicidioxipropiltrimetoxisilano y  $\gamma$ -mercaptopropiltrimetoxisilano; agentes de acoplamiento basados en titanato, tales como titanato de isopropiltriisosteato, tris(dioctilpirofosfato)titanato de isopropilo, tris(N-aminoetil-aminoetil)titanato de isopropilo y tridecibencenosulfoniltitanato de isopropilo; agentes de acoplamiento basado en aluminio tales como diisopropilato de acetilaluminio ;
- 45 (g) ésteres de ácidos grasos de alcoholes polihidroxilados, tales como monoestearato de glicerina y monooleato de glicerina,
- (h) monoestearato de sorbitán, e
- (i) compuestos basados en silicio, compuestos basados en fósforo y compuestos basados en aluminio que tienen  $\text{SiO}(\text{OH})_3^-$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_7^-$ ,  $\text{SiO}_2(\text{OH})_2^{2-}$ ,  $\text{Si}_2\text{O}_6(\text{OH})_6^{2-}$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_7^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7^{3-}$ ,  $\text{SiO}_4^{4-}$  o  $\text{Si}_4\text{O}_8(\text{OH})_4^{4-}$ .

55 Las partículas de hidróxido de calcio puede ser sometidas a tratamiento de superficie mediante un procedimiento en húmedo o en seco conocido per se. Por ejemplo, en el procedimiento en húmedo, un agente de tratamiento de superficie en forma líquida o en emulsión se añade a la suspensión de las partículas de hidróxido de calcio y se agitan mecánicamente en una medida suficiente a una temperatura de hasta aproximadamente 100°C. En el método en seco, las partículas de hidróxido de calcio se agitan mediante un mezclador tal como un mezclador Henschel, se añade un agente de tratamiento de superficie en forma de líquido, emulsión o sólido, y se mezclan completamente con o sin calentamiento. La cantidad del agente de tratamiento de superficie se puede seleccionar según sea apropiado. No es preferiblemente mayor que aproximadamente 10% en peso basado en el peso de las partículas de hidróxido de calcio.

Las partículas de hidróxido de calcio sometidas a tratamiento de superficie se pueden formar en una forma de producto final mediante la selección y la realización de medios tales como lavado con agua, deshidratación, granulación, secado, molienda o clasificación según se requiera.

#### 5 <Composición de resina>

La composición de resina producida de acuerdo con la presente invención es una composición que comprende 100 partes en peso de resina sintética y de 0,1 a 10 partes en peso, preferiblemente de 0,2 a 7 partes en peso, más preferiblemente de 0,5 a 3 partes en peso de hidróxido de calcio representado por la anterior fórmula (1).

10

(Resina sintética)

La resina sintética es cualquier resina sintética que se utiliza generalmente como un artículo moldeado. Sus ejemplos ilustrativos incluyen resinas termoplásticas tales como polímeros o copolímeros de olefinas C<sub>2</sub> a C<sub>8</sub> (α-olefinas), por ejemplo, polietileno, polipropileno, copolímero de etileno/propileno, polibuteno y poli-4-metilpenteno-1, copolímeros de estas olefinas y dieno, copolímeros 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, poli(cloruro de vinilo), polietileno clorado, polipropileno clorado, copolímero de cloruro de vinilo/propileno, resina de acetato de vinilo, resina fenoxi, poliacetal, poliamida, poliimida, policarbonato, polisulfona, óxido de polifenileno, sulfuro de polifenileno, tereftalato de polietileno, tereftalato de polibutileno y resina metacrílica; resinas termoendurecibles tales como una resina epoxi, resina fenólica, 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.

15

20

25

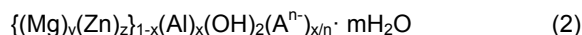
La composición de resina de la presente invención puede ser producida mediante la mezcla de estas resinas sintéticas con el hidróxido de calcio representados por la anterior fórmula (1) por medio de un molino de rodillos o similares.

30 (Hidrotalcita)

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

35

La hidrotalcita es preferiblemente una representado por la siguiente fórmula (2).



40

En la fórmula (2), A<sup>n-</sup> representa un anión n-valente. Sus ejemplos específicos incluyen ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> y CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>. se prefiere CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>.

45

Adicionalmente, en la fórmula (2) anterior, (y + z) es 1, y x es un valor que satisface 0,1 ≤ x ≤ 0,5, preferiblemente 0,2 ≤ x ≤ 0,4.

50

Adicionalmente, y es un valor que satisface 0,5 ≤ y ≤ 1, preferiblemente 0,7 ≤ y ≤ 1. Adicionalmente, z es un valor que satisface 0 ≤ z ≤ 0,5, preferiblemente 0 ≤ z ≤ 0,3. m es un valor que satisface 0 ≤ m < 1, preferiblemente 0 ≤ m ≤ 0,7.

55

La hidrotalcita tiene preferiblemente un diámetro medio de partícula secundario medido mediante un método de dispersión por difracción láser no superior a 2 μm. Esto es, la mayoría de las partículas en la hidrotalcita son preferiblemente partículas primarias que no han experimentado aglomeración secundaria, más preferiblemente partículas que tienen un diámetro medio de partícula secundario de 0,4 a 1,0 μm.

Además, la hidrotalcita tiene preferiblemente un área superficial específica medida mediante un método BET de 1 a 30 m<sup>2</sup>/g, más preferiblemente de 5 a 20 m<sup>2</sup>/g.

60

El método y las condiciones para la producción de la hidrotalcita no están particularmente limitados. Las materias primas y las condiciones de producción para la obtención de la hidrotalcita son conocidos per se. Básicamente, la hidrotalcita se pueden producir de acuerdo con un método conocido (remitirse a JP-B 46-2280 (el término "JP-B" utilizado en la presente memoria significa "Publicación de Patente Japonesa Examinada") y su correspondiente Patente de los Estados Unidos Núm. 3.650.704; JP-B 47-32198 y su correspondiente Patente de los Estados Unidos Núm. 3.879.525; JP-B 50-30039; JP-B 48-29477; JP-B 51-29129, por ejemplo).

5 En cuanto a las materias primas utilizadas para la producción en masa de la hidrotalcita a una escala industrial, el sulfato de aluminio, el cloruro de aluminio, el aluminato de sodio y el hidróxido de aluminio son adecuados como fuente de aluminio; el agua de mar, el cloruro de magnesio (salmuera, salmuera ionizada), el hidróxido de magnesio y el óxido de magnesio son adecuados como fuente de magnesio, y la sosa cáustica para uso industrial es adecuada como fuente de álcali. La cal natural no es muy preferible debido a que la cal es difícil de purificar. Adicionalmente, se pueden utilizar carbonato de sodio o dióxido de carbono para uso industrial como una materia prima para los iones de carbonato.

10 La hidrotalcita se puede calcinar antes de su uso. La temperatura de calcinación es preferiblemente 200°C o mayor, más preferiblemente 230°C o superior.

15 La hidrotalcita es preferiblemente sometida a tratamiento de superficie. Como agentes de tratamiento de superficie para ello, se pueden utilizar los mismos agentes de tratamiento de superficie que los del hidróxido de calcio representados mediante la fórmula (1) de la misma manera.

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

25 La cantidad total de CH y HT contenida en la resina sintética es de 0,1 a 10 partes en peso, preferiblemente de 0,2 a 7 partes en peso, más preferiblemente de 0,5 a 5 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de la resina sintética.

30 Adicionalmente, cuando están contenidas grandes cantidades de compuesto de hierro, compuesto de manganeso y similares en el hidróxido de calcio y la hidrotalcita como estabilizadores para resinas sintéticas, la resistencia a la degradación térmica de una resina se degrada cuando estos se añaden a la resina. Por consiguiente, el contenido total del compuesto de hierro y el compuesto de manganeso no es deseablemente mayor que 0,02% en peso en términos de los metales (Fe + Mn).

35 La resina sintética es preferiblemente un poli(cloruro de vinilo) o caucho de fluorocarbono, y el compuesto basado en silicio es preferiblemente sílice.

40 La composición de resina producida de acuerdo con la presente invención puede contener otros aditivos convencionales además de los componentes anteriores. Los ejemplos ilustrativos de dichos aditivos incluyen antioxidantes, agentes antiestáticos, pigmentos, agentes espumantes, plastificantes, cargas, refuerzos, retardantes de la llama halogenados orgánicos, agentes de entrecruzamiento, estabilizadores de luz, absorbentes de ultravioleta, y lubricantes.

45 <Artículo moldeado>

50 Un artículo moldeado puede comprender la composición de resina anterior. Los ejemplos específicos del artículo moldeado incluyen un tubo, una tubería, una junta, una película, un material de recubrimiento de cables para cables eléctricos, un marco de ventana, un recipiente de envasado para alimentos, un chasis o elemento para equipos electrónicos, y un componente para automóviles.

<Estabilizador para resinas sintéticas >

55 Un estabilizador para resinas sintéticas comprende hidróxido de calcio (CH) representado por la fórmula (1) anterior. El estabilizador preferiblemente comprende también hidrotalcita (HT). La hidrotalcita es preferiblemente la representada por la fórmula (2) anterior.

En cuanto a la razón (en peso) entre CH y HT, CH/HT es preferiblemente de 1/9 a 9/1, más preferiblemente de 1/9 a 7/3, mucho más preferiblemente de 2/8 a 6/4. Para la hidrotalcita calcinada (HT), CH/HT es preferiblemente de 1/9 a 9/1, más preferiblemente de 2/8 a 8/2.

### Ejemplos

60 En lo sucesivo, la presente invención se describirá en detalle con referencia a los Ejemplos. La difracción de rayos X, el área superficial específica BET y el diámetro medio de partículas secundarias se midieron de la siguiente manera.

Difracción de rayos X:

65 La difracción de rayos X se midió mediante un método de difracción de rayos X utilizando el difractor de rayos X RINT2200V de Rigaku Corporation.

Superficie específica BET:

5 El área superficial específica BET se midió mediante un método de adsorción de nitrógeno usando el dispositivo de medición del área superficial totalmente automático Multisorb 12 de Yuasa Ionics Inc.

Diámetro medio de partícula secundario:

10 El diámetro medio de partícula secundario se midió mediante el dispositivo de medición de la distribución del tamaño de partícula con el método de dispersión por difracción láser de tipo MICROTRAC HRA de Nikkiso Co., Ltd.

(Ejemplo 20)

15 Se vertieron 500 L de agua en un tanque de reacción de 2 m<sup>3</sup>, y se añadieron en 30 minutos, 427 L de hidróxido de sodio de 3 mol/l, 4,0 L de silicato de sodio Núm. 3 (vidrio soluble) de 6,6 mol/l en forma de SiO<sub>2</sub>, y 160 L de cloruro de calcio de 4 mol/l, respectivamente, y se hicieron reaccionar a 40°C durante 30 minutos. El producto de reacción se filtró, se secó y se molió. El área superficial específica BET, el diámetro medio de partícula secundario, A<sup>n-</sup> y x de la disolución sólida de hidróxido de calcio obtenida se muestran en la Tabla 1.

20

Tabla 1

	Tipo y cantidad de aditivo	Condiciones de envejecimiento	Área superficial específica BET (m <sup>2</sup> /g)	Diámetro medio de partícula secundario (µm)	Tratamiento de Superficie	A <sup>n-</sup>	x	Método de Síntesis
Ej.20	Silicato de sodio, 26,4 moles	-	30,0	3,50	No realizado	SiO(OH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0,066	Método de Reacción
Ej.: Ejemplo,								

25

En los Ejemplos siguientes, se realizaron (1) una medición del diámetro medio de partícula secundario, (2) una medición de área superficial específica BET, (3) un análisis de SiO<sub>2</sub>, (4) un análisis de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y (5) un análisis de metal de la siguiente manera.

(1) Diámetro medio de partícula secundario

30 Un diámetro medio de partícula secundario se mide mediante un método de dispersión por difracción láser utilizando un analizador de tamaño partícula MICROTRAC tipo SPA [LEEDS & amp; un producto de NORTHROP INSTRUMENT]. Más específicamente, se añaden 700 mg de polvo de la muestra a 70 ml de agua y se dispersan mediante ultrasonido (producto de NISSEI CO., LTD., MODELO US-300, corriente: 300 µA) durante 3 minutos. A continuación, se toman muestras de 2 a 4 ml de la disolución dispersada y se colocan en una cámara de muestras del analizador de tamaño de partícula anterior que contiene 250 ml de agua desgasificada. Después de activar el analizador y hacer circular la suspensión durante 8 minutos, se mide la distribución de tamaño de partícula. Se realizan en total dos mediciones, y se calcula la media aritmética del 50% de los diámetros de partículas secundarios acumulativos obtenidos en las mediciones y se toma como el diámetro medio de partícula secundario de la muestra.

35

(2) Área superficial específica mediante el método BET

40 Se mide el área superficial específica mediante el método BET de acuerdo con un método de adsorción de nitrógeno líquido. Es decir, se mide el área superficial específica mediante el método BET por medio del uso de un dispositivo para el método de adsorción de nitrógeno líquido (NOVA2000 de Yuasa Ionics Inc.). Se colocan 0,5 g de polvo pesado exactamente como muestra en una celda de medición y se pretratan bajo un grado de vacío de 10 mTrr o inferior a 105°C durante 30 minutos (aparato: Flovac Degasser de Yuasa Ionics Inc.). Después del pretratamiento, la celda se enfría y se coloca en una cámara del dispositivo de medición para medir el área superficial específica.

45

(3) Análisis de SiO<sub>2</sub>

50 El SiO<sub>2</sub> se analiza mediante un método de absorciometría. Más específicamente, se colocan 0,5 g de polvo pesado exactamente como muestra en un crisol de platino, y se añaden a esto 2 g de ácido bórico y 3 g de carbonato de sodio anhidro, y se mezclan. Después de fundir a 950°C durante 2 horas, la mezcla resultante se enfría y se disuelve en 40 ml de ácido clorhídrico diluido, y la cantidad de la disolución se ajusta a 250 ml mediante la adición de agua de intercambio iónico. Se toma una muestra de 25 ml de la disolución y se transfiere a un matraz de medición de 100



ml, a esto se le añaden 5 ml de disolución de molibdato amónico (disolución al 10%), y también se añade agua de intercambio iónico para ajustar la cantidad de la disolución a 100 ml para preparar una disolución que se va a medir. La absorbancia a 420 nm se mide mediante el uso de un espectrofotómetro (espectrofotómetro de doble haz 150-20 de Hitachi, Ltd.).

5 (4) Análisis de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

10 El Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se mide mediante un método quelante. Más específicamente, se colocan 0,5 g de polvo pesado exactamente como muestra en un vaso de precipitados de 100 ml, se añaden 20 ml de ácido clorhídrico diluido y 15 ml de ácido perclórico, y la mezcla se calienta de 150 a 200°C durante 30 minutos. Después calentar la mezcla, se añade a la misma el agua de refrigeración, y la materia insoluble se filtra mediante el uso de papel de filtro para la determinación y se lava. El producto filtrado y el líquido de lavado se combinan y se ajustan exactamente a 250 ml para preparar una disolución que se va a medir. Se toma una muestra de 25 ml de la disolución que se va a medir, y se añade a la misma agua de intercambio iónico para ajustar el pH a 3,0. Se añade un indicador de disolución PAN-Cu a la disolución de pH ajustado que se va a medir, y la disolución resultante se titula mediante el uso de una disolución de EDTA2Na de 0,01 mol/l al tiempo que se calienta hasta la ebullición. El punto final de la valoración es un punto en el que la disolución no cambia a color naranja-amarillo incluso cuando se calienta durante 1 minuto o más.

20 (5) Análisis de metales

Se colocan 0,5 g de polvo pesado exactamente como muestra en un vaso de precipitados de 100 ml, se añaden 10 ml de ácido clorhídrico diluido, y el polvo de muestra se disuelve calentando. Después de enfriar, la mezcla se transfiere a un matraz graduado de 100 ml, y la cantidad de la disolución se ajusta a 100 ml mediante la adición de agua de intercambio iónico para preparar una disolución que se va a medir. Se mide la absorbancia a Mn = 257,610 nm y Fe = 259,940 nm mediante el uso de un espectrofotómetro de emisión ICP (SPS1500VR de Seiko Instruments Inc.).

30 (Ejemplos 21 a 25)

A un tanque de reacción de 2 m<sup>3</sup>, se le añadieron 360 L de NaOH 4N, vidrio soluble (398 g/L) en las cantidades mostradas en la Tabla 2 y 165 L de 4 mol/L de CaCl<sub>2</sub>, y se hicieron reaccionar a 40°C durante 5 minutos. Los productos de reacción obtenidos se filtraron, se secaron y se molieron hasta obtener los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH21 a CH25. Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CH21 a CH25 son los mostrados en la Tabla 3.

(Ejemplos 26 y 27)

40 A un tanque de reacción de 2 m<sup>3</sup>, se le añadieron 360 L de NaOH 4N, aluminato de sodio (323 g/L) en las cantidades mostradas en la Tabla 2 y 165 L de CaCl<sub>2</sub> de 4 mol/L, y se hicieron reaccionar a 40°C durante 5 minutos. Los productos de reacción obtenidos se filtraron, se secaron y se molieron hasta obtener los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH26 y CH27. Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CH26 y CH27 son los mostrados en la Tabla 3.

45 (Ejemplo Comparativo 3)

A un tanque de reacción de 2 m<sup>3</sup>, se le añadieron 360 L de NaOH 4N y 165 L de CaCl<sub>2</sub> (4 mol/L), y se hicieron reaccionar a 40°C durante 5 minutos. El producto de reacción obtenido se filtró, se secó y se molió para obtener el hidróxido de calcio en disolución que no contenía sólidos CHCE3. Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CHCE3 son los mostrados en la Tabla 3.

50

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

Tabla 3

Núms. de Ej. o Ej.C.		Ej.C.3	Ej.21	Ej. 22	Ej.23	Ej.24	Ej.25	Ej.26	Ej.27
Cantidad añadida a Ca (OH) <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub> : % 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)	-	-
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : % en peso (valor medido: % en peso)	-	-	-	-	-	-	3 (2,9)	5 (4,9)
Didisolución de sólidos Ca(OH) <sub>2</sub>	Diámetro medio de partícula secundario (micras)	1,2	0,5	0,7	0,9	1,9	2,0	1,6	1,4
	BET (m <sup>2</sup> / G)	9,8	11,0	13,9	21,9	25,7	27,3	10,5	12,1
	La <sup>n-</sup>	-	SiO (OH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SiO (CH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SiO (OH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SiO (OH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SiO (OH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	Al (OH) <sub>4</sub> <sup>-</sup>	Al (OH) <sub>4</sub> <sup>-</sup>
	x	-	0,01	0,02	0,06	0,1	0,14	0,06	0,1
	No.	CHCE3	CH21	CH22	CH23	CH24	CH25	CH26	CH27
Método de Síntesis	Método de Reacción	Método de Reacción	Método de Reacción	Método de Reacción	Método de Reacción	Método de Reacción	Método de Reacción	Método de Reacción	
Ej.: Ejemplo, Ej.C.: Ejemplo comparativo									

(Ejemplos 31 a 37 y Ejemplo Comparativo 4) Composiciones de resina

- 5 Las composiciones de resina que tienen las composiciones siguientes se prepararon mediante el uso de hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH21 a CH27) o hidróxido de calcio en disolución que no contenía sólidos CHCE3 obtenidas en los Ejemplos 21 a 27 y el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizador. La estabilidad térmica se midió de la siguiente manera. Es decir, la composición de resina se amasó mediante el uso de un molino de rodillos a 180°C durante 5 minutos para preparar una lámina de rodillo de 0,7 mm. Se cortó de la lámina una pieza de muestra que tenía un tamaño de 5 cm x 8 cm, se colocó en un horno de engranaje calentado a 180°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 coloración. Se midió el tiempo necesario para alcanzar un cierto grado de negrura, y se evaluó el color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

15 Composición

poli(cloruro de vinilo) (grado de polimerización: 700)	100 PHR
estearato de zinc	0,3 PHR
estearoil benzoil metano	0,2 PHR
estabilizador	1,0 PHR
dipentaeritritol	0,2 PHR

20 (Ejemplo Comparativo 5)

Se preparó una composición de resina similar a la del Ejemplo 31 mediante el uso de dióxido de silicio hidratado (Carplex Núm. 80, contenido de SiO<sub>2</sub>: 95% en peso) de Shionogi & Co., Ltd. como estabilizador térmico, y se midió su estabilidad térmica. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

25 (Ejemplo Comparativo 6)

Se mezclaron entre sí 50 kg de cal apagada y 1,5 kg de polvo de dióxido de silicio hidratado (Carplex Núm. 80, contenido de SiO<sub>2</sub>: 95%) de Shionogi & Co. Ltd., mediante el uso de un mezclador 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. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

Tabla 4 Composiciones de resina

Número	Núm. de disolución de sólidos de Ca(OH) <sub>2</sub> utilizada	Aditivo sólido disuelto en hidróxido de calcio	Cantidad de aditivo a hidróxido de calcio (% en peso)	Color en la primera etapa de medición de la 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	C23	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	Óxido de aluminio	3,0	+	129
Ej. 37	CH27	Óxido de aluminio	5.0	+	129
Ej.C.5	-	-	-	Negro	No medible
Ej.C.6	-	Dióxido de silicio	3,0	++++	90

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

5

(Ejemplo 38) Tratamiento de Superficie

El hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH23) obtenido en el Ejemplo 23 fue envejecido bajo calentamiento a 60°C durante 30 minutos. Después de eso, se añadieron 5 L de NaOH y 20 L de H<sub>2</sub>O a 1 kg de agentes de tratamiento de superficie A, B, J, L2 o L1 mostrados en la Tabla 5 y se agitó. Las mezclas resultantes se añadieron al CH23 envejecido y se calentaron a 60°C para el tratamiento de la superficie de CH23. De ese modo, se prepararon el hidróxido de calcio en disolución de sólidos sometido a tratamiento de superficie CH23-A, CH23-B, CH23-J, CH23 y CH23 L2-L1. Sin embargo, en el caso de la CH23-L2, se añadió 1 kg del agente de tratamiento de superficie al CH23 envejecido.

15

Las composiciones de resina se prepararon de la misma manera que en el Ejemplo 31 excepto que se utilizaron estos CH23 sometidos a tratamiento de superficie, y se sometieron a ensayo la estabilidad térmica y la coloración inicial de las composiciones. Los resultados se muestran en la Tabla 6. Como se muestra en la Tabla 6, no hay diferencias en los resultados causados por el uso de diferentes agentes de tratamiento de superficie.

20

Tabla 5

Núm. de disolución de sólidos de Ca(OH) <sub>2</sub>	Nombre (Abreviatura) del Agente de tratamiento de superficie
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

Núm. de disolución de sólidos de Ca(OH) <sub>2</sub>	Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica	Tempo 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

5 A un tanque de reacción de 2 m<sup>3</sup>, se le añadieron 360 L de NaOH 4N, vidrio soluble (398 g/L) en la cantidad mostrada en la Tabla 7 y 165 L de CaCl<sub>2</sub> de 4 mol/L, y se hicieron reaccionar a 40°C durante 5 minutos. El producto de reacción obtenido se filtró, se secó y se molió hasta obtener el hidróxido de calcio en disolución de sólidos CH39. Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CH39 son los mostrados en la

10

(Ejemplos 40 y 41)

15 Se prepararon los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH40 y CH41 de la misma manera que en el Ejemplo 39 excepto que se usó sílice sintética amorfa (SiO<sub>2</sub>: 93% en peso) en las cantidades mostradas en la Tabla 7 en lugar de vidrio soluble. Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CH40 y C41 son los mostrados en la Tabla 8.

(Ejemplos 42 y 43)

20 Se prepararon los hidróxidos de calcio en disolución de sólidos CH42 y CH43 de la misma manera que en el Ejemplo 39 excepto que se usó tetraetoxisilano (SiO<sub>2</sub>: 28% en peso) en las cantidades mostradas en la Tabla 7 en lugar de vidrio soluble. Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas de CH42 y C43 son los mostrados en la Tabla 8.

25

Tabla 7

Núm.	Aditivo tras la reacción	Cantidad de aditivo
CH39	Vidrio Soluble	0,06 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 a Ca(OH) <sub>2</sub>		Ej. 39	Ej. 40	Ej.41	Ej.42	Ej. 43
SiO <sub>2</sub> : % 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)
Núm. de disolución de sólidos de Ca(OH) <sub>2</sub>		CH39	CH40	CH41	CH42	CH43
A <sup>n-</sup>		SiO (OH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SiO (OH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SiO (OH) <sub>3</sub> <sup>-</sup>	SiO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	SiO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
x		0,001	0,02	0,04	0,02	0,03
SiO <sub>2</sub> sólido- Ca(OH) <sub>2</sub> disuelto	Diámetro medio de partícula secundario (micras)	1,2	1,09	1,7	0,8	0,8
	BET (m <sup>2</sup> /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 (MgCl<sub>2</sub> = 312,1 g/L) a un tanque de ajuste de la concentración, y se añadió sulfato de aluminio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 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, la sosa cáustica (48,7%) se transfirió a otro tanque de ajuste de la concentración, y se añadieron polvo de carbonato de sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> = 99,9%) y agua para preparar una disolución acuosa (B) que contenía 3 mol/L de NaOH y 0,23 mol/L de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

10 A un tanque de reacción que contenía agua, se le añadieron simultáneamente bajo agitación 1,18 L de la disolución mixta (A) y 2,2 L de la disolución acuosa (B) de modo que el tiempo de residencia se convirtió en 60 minutos, obteniéndose de este modo la suspensión de reacción de hidrotalcita. Se tomó una muestra de 800 L de la suspensión de reacción y se retuvo en un autoclave bajo agitación a 170°C durante 6 horas para envejecer la suspensión de reacción bajo calentamiento. Después de enfriar, la suspensión se transfirió a un tanque de tratamiento de superficie y se calentó a 80°C bajo agitación, se añadieron gradualmente 2 kg de estearato sódico (C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>COONa = 93,4%) disueltos en 50 L de agua caliente de 80°C de antemano, y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos para completar el tratamiento de superficie. Los sólidos se separaron mediante filtración, se lavaron, se secaron mediante un secador de aire caliente, se molieron mediante un molino de martillos y se tomaron en forma de muestra.

Como resultado del análisis de la HT1 obtenida, se encontró que su fórmula de composición era



Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas se muestran en la Tabla 9.

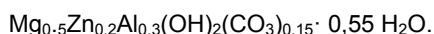
(Ejemplo de Referencia 2) Preparación de HT2

30 Se repitió el procedimiento del Ejemplo de Referencia 1 excepto que se utilizaron salmuera ionizada y cloruro de cinc como materias primas en lugar de salmuera purificada. Más específicamente, la salmuera ionizada (MgCl<sub>2</sub> = 168,2 g/L) se transfirió a un tanque de ajuste de la concentración, y se añadieron cloruro de cinc (ZnCl<sub>2</sub> = 572,7 g/L) y sulfato de aluminio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 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. Un precipitado de sulfato de calcio producido en el tanque de mezcla se separó por filtración, obteniéndose de este modo una disolución (A). A continuación, la sosa cáustica (NaOH = 48,7%) se transfirió a otro tanque de ajuste de la concentración, y se añadieron polvo de carbonato de sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> = 99,9%) y el agua para preparar una disolución acuosa (B) que contenía 3 mol/L de NaOH y 0,225 mol/L de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>.

40 A un tanque de reacción que contenía de agua, se añadieron simultáneamente 1 L de la disolución (A) y 1,4 L de la disolución (B) bajo agitación de modo que el tiempo de residencia se convirtió en 60 minutos, obteniéndose de este modo una suspensión de la reacción de HT. Se tomó una muestra de 800 L de la suspensión de la reacción y se mantuvo en un autoclave bajo agitación a 140°C durante 6 horas para envejecerla bajo calentamiento. Después de enfriar, la suspensión se transfirió a un tanque de tratamiento de superficie y se calentó a 80°C bajo agitación, se añadieron gradualmente 1,3 kg de estearato de sodio disuelto en 50 L de agua caliente de 80°C de antemano, y la mezcla resultante se agitó durante 30 minutos para completar el tratamiento de superficie. Los sólidos se separaron por filtración, se lavaron, se re-emulsionaron, se secaron por pulverización, y se tomaron en forma de muestra.

## ES 2 399 385 T3

Como resultado del análisis de la síntesis de la HT2 obtenida, se encontró que su fórmula de composición era



5 Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas se muestran en la Tabla 9.

(Ejemplo de Referencia 3) Preparación de HT3

10 El compuesto de hidrotalcita HT1 obtenido en el Ejemplo de Referencia 1 se calcinó a 240°C para preparar un compuesto de hidrotalcita HT3. Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas se muestran en la Tabla 9.

(Ejemplo de Referencia 4) Preparación de HT4

15 La HT2 obtenida en el Ejemplo de Referencia 2 se calcinó a 240°C para preparar un compuesto de hidrotalcita HT4. Los resultados de los análisis químicos y las mediciones de las propiedades físicas se muestran en la Tabla 9.

Tabla 9

	Ej. R. 1	Ej. R. 2	Ej. R. 3	Ej. R. 4
Núm. de hidrotalcita	HT1	HT2	HT3	HT4
Área superficie específica mediante el método BET (m <sup>2</sup> / 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				

20 (Ejemplos 44 a 61 y Ejemplo Comparativo 7) Composiciones de resina

25 Se prepararon composiciones de resina con la siguiente composición (A) mediante el uso de los hidróxidos de calcio en 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 calcio no sólido en disolución (CHCE3) obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizadores. La composición de resina se amasó mediante el uso de rodillos a 180°C durante 5 minutos para preparar una lámina de rodillo de 0,7 mm. Las composiciones de los estabilizadores se muestran en la Tabla 10.

30 Una pieza de muestra que tenía un tamaño de 5 cm x 8 cm se cortó de la lámina, se colocó en un horno de engranaje calentado 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 coloración. Se midió el tiempo requerido para alcanzar un cierto grado de oscurecimiento, y se evaluó el color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica. Los resultados se muestran en la Tabla 10.

35 Composición (A)

poli(cloruro de vinilo) (grado de polimerización: 700)	100 PHR
estearato de zinc	0,3 PHR
estearoil benzoil metano	0,2 PHR
dipentaeritritol	0,2 PHR
estabilizador	1,0 PHR

Tabla 10  
Composición de estabilizador (Razón en peso)

Núm. Ej.	Ej.C.	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				
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															
Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica*	++++	+++	+++	++	+	+++	++	++	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Tiempo para el oscurecimiento**	100	100	100	125	120	105	110	120	150	150	200	150	150	150	120	150	100	150	150	

Ej.C.: Ejemplo Comparativo

\*) Medición de color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incolora y transparente" fue puntuada como "+", "amarillo pálido y transparente" fue puntuada como "+ + + + +" y las diferencias de color entre las mismas se expresaron por el número de "+".

\*\*) Tiempo para el oscurecimiento: El tiempo para el oscurecimiento en el Ejemplo 44 se fijó en 100.

## ES 2 399 385 T3

(Ejemplos 62 a 84 y Ejemplo Comparativo 8) Composiciones de resina

5 Las composiciones de resina con la siguiente composición (B) se prepararon 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 calcio no sólido en disolución (CHCE3) obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizadores. La composición de resina se amasó mediante el uso de rodillos a 180°C durante 5 minutos para preparar una lámina de rodillo de 0,7 mm. La estabilidad térmica de la lámina se evaluó de la misma manera que en el Ejemplo 44. Las composiciones de los estabilizadores y los resultados se muestran en la Tabla 11. Composición (B)

10

poli(cloruro de vinilo) (grado de polimerización: 1000)	100 PHR
dibenzoilmetano	0,1 PHR
dipentaeritritol	0,2 PHR
D xyol G32	0,2 PHR
estearato de zinc	0,8 PHR
estearato de calcio	0,4 PHR
METABLEN P-501	0,5 PHR
CCR	4,0 PHR
estabilizador	1,0 PHR



Tabla 11

Núm. Ej.	Composición de estabilizador (Razón 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)							20	40	50	60	80			
Hidrotalcita (HT1)			100									20		
Hidrotalcita (HT2)				100										
Hidrotalcita (HT3)					100									
Hidrotalcita (HT4)						100								
Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica*	++++	+++	++	+	++	+++	+++	+	+	+	+	+		
Tiempo para el oscurecimiento**	80	100	100	100	120	40	100	110	120	110	110	90		

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

\*) Medición de color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incolora y transparente" fue puntuada como "+", "amarillo pálido y transparente" fue puntuada como "++ + + +" y las diferencias de color entre las mismas se expresaron por el número de "+".

\*\*) Tiempo para el oscurecimiento: El tiempo para el oscurecimiento en el Ejemplo 62 se fijó en 100.

Tabla 11 (continuación)

Núm. Ej.	Composición de estabilizador (Razón en peso)												
	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	
Hidróxido de calcio en disolución 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)							20	40	50	60		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 para el oscurecimiento**	100	100	100	100	130	110	100	70	90	100	130	130	

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

\*) Medición de color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incolora y transparente" fue puntuada como "+", "amarillo pálido y transparente" fue puntuada como "++ + + +" y las diferencias de color entre las mismas se expresaron por el número de "+".

\*\*) Tiempo para el oscurecimiento: El tiempo para el oscurecimiento en el Ejemplo 62 se fijó en 100.

## ES 2 399 385 T3

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

5 Se prepararon las composiciones de resina que tenían 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 calcio no sólido en disolución (CHCE3) obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizadores. La composición de resina se amasó mediante el uso de rodillos a 180°C durante 5 minutos para preparar una lámina de rodillo de 0,7 mm. La estabilidad térmica de la lámina se evaluó de la misma manera que en el Ejemplo 44. Las composiciones de los estabilizadores y los resultados se muestran en la Tabla 12.

10

Composición (C)

poli(cloruro de vinilo) (grado de polimerización: 1000)	100 PHR
dibenzoilmetano	0,1 PHR
dipentaeritritol	0,2 PHR
D xyol G32	0,2 PHR
estearato de zinc	0,6 PHR
estearato de calcio	0,2 PHR
carbonato de calcio pesado	3,0 PHR
estabilizador	0,5 PHR

Tabla 12

Composición de estabilizador (Razón en peso)													
Núm. Ej.	Ej.C. 9	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	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	
Hidroalcita (HT1)													
Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica*	++++	+++	+++	+++	++	++	+	+	+	+	+	+	+
Tiempo para el oscurecimiento**	100	100	100	100	130	130	130	130	130	150	130	150	130

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

\*) Medición de color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica: "incolora y transparente" fue puntuada como "+", "amarillo pálido y transparente" fue puntuada como "+++" y las diferencias de color entre las mismas se expresaron por el número de "+".

\*\*) Tiempo para el oscurecimiento: El tiempo para el oscurecimiento en el Ejemplo 85 se fijó en 100.

(Ejemplo 95)

5 Las composiciones de resina que tienen la composición (B) se prepararon mediante el uso de los 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 a una razón (en peso) de 1:1 como estabilizadores. La composición de resina se amasó mediante el uso de rodillos a 180°C durante 5 minutos para preparar una lámina de rodillo de 0,7 mm. La estabilidad térmica de la lámina se evaluó de la misma manera que en el Ejemplo 44. Los resultados se muestran en la Tabla 13.

Tabla 13

Experimento Núm.	Núm. del Ca(OH) <sub>2</sub> sólido en disolución	Hidrotalcita	Color en la primera etapa de medición de la estabilidad térmica	Tiempo para 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 composiciones de caucho fluorado que tenían la siguiente composición mediante el uso de rodillos refrigerados por agua y el hidróxido de calcio en disolución de sólidos (CH23 a CH25) obtenidos en los Ejemplos 23 a 25 y el hidróxido de calcio no sólido en disolución (CHCE3) obtenido en el Ejemplo Comparativo 3 como estabilizadores. Se llevó a cabo la vulcanización primaria a 170°C durante 15 minutos. A continuación, se llevó a cabo la vulcanización secundaria a 230°C durante 24 horas, y midieron las propiedades físicas. Los resultados de las mediciones se muestran en la Tabla 14.

20 Composición

caucho de fluorocarbono DAI-EL G701 (producto de Daikin Industries, Ltd.)	100 phr
MT BLAK Cancarb N-990 (producto de Cancarb Co., Ltd., Canadá)	20 phr
MgO MA-150 (producto de Kyowa Chemical Industry Co., Ltd.)	3 phr
estabilizador	6 phr

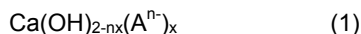
Tabla 14

Núms. 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·an)	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
Resistencia a la tracción (después de la vulcanización secundaria)	M100 (100% Resistencia la Tracción, kg·f/cm <sup>2</sup> )	53	52	50	62
	TB (Resistencia a la tracción, kg·f/cm <sup>2</sup> )	150	160	183	163
	EB (Elongación,%)	200	220	240	180
Dureza Hs		73	73	72	75
Deformación por compresión a 225°C, 24 hrs		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: Medida de acuerdo con JIS K6262					

- 5 El hidróxido de calcio producido mediante el procedimiento de la presente invención es útil como un estabilizador para resinas sintéticas, por ejemplo, como un neutralizador de ácido o un agente de captura de halógeno. Adicionalmente, la composición de resina producida de acuerdo con la presente invención se puede aplicar a diversos campos de moldeo debido a que tiene una estabilidad térmica y una colorabilidad inicial excelentes.

## REIVINDICACIONES

5 1. Un procedimiento para producir hidróxido de calcio de la siguiente fórmula (1), cuyo procedimiento comprende hacer reaccionar una disolución acuosa de una sal de calcio soluble en agua con una disolución acuosa de un hidróxido de metal alcalino en presencia de un aditivo,



10 (en donde n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2, y  $\text{A}^{n-}$  representa un anión derivado de al menos un compuesto seleccionado del 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),

15 en donde la disolución acuosa de una sal de calcio soluble en agua es cloruro de calcio o nitrato de calcio y la disolución acuosa de un hidróxido de metal alcalino es hidróxido de sodio o hidróxido de potasio y el aditivo es al menos un compuesto seleccionado del 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, y en donde el aditivo está presente en una cantidad de 0,01 a 7% en peso basada en el hidróxido de calcio que se va a producir.

20 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la disolución acuosa del hidróxido de metal alcalino tiene un equivalente de álcali que es igual o superior a un equivalente de calcio.

25 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en donde el equivalente de álcali con respecto al equivalente de calcio es de 1,05 a 1,3 veces equivalente.

4. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el precipitado de color blanco obtenido se envejece calentando de aproximadamente 60 a 150°C durante 0,5 a 4 horas y se somete a tratamiento de superficie con un tensioactivo aniónico.

30 5. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el precipitado se envejece calentando de aproximadamente 80 a 120°C.

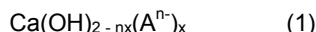
35 6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4 o 5, que comprende adicionalmente la filtración, el lavado con agua, el secado, la molienda y/o la clasificación para producir el hidróxido de calcio.

7. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el producto de hidróxido de calcio tiene un diámetro medio de partícula secundario de aproximadamente 0,5 a 2 µm.

40 8. Un procedimiento para producir 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 representado por la siguiente fórmula (1):



45 (en donde n representa un número entero de 1 a 4, x representa un número de 0,001 a 0,2, y  $\text{A}^{n-}$  representa un anión derivado de al menos un compuesto seleccionado del 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),

50 cuyo procedimiento comprende:

(i) producir hidróxido de calcio como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, y

(ii) tratar adicionalmente el hidróxido de calcio obtenido de esta manera para producir una composición de resina.