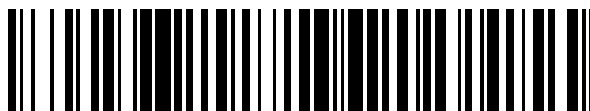


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 405 602**

51 Int. Cl.:

**C08K 3/22** (2006.01)

**C08K 7/08** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.10.2005 E 05813290 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2013 EP 1805252**

54 Título: **Materiales compuestos piroretardantes**

30 Prioridad:

**29.10.2004 US 978286**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**31.05.2013**

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC.  
(100.0%)  
1 NEW BOND STREET, BOX NUMBER 15138  
WORCESTER, MA 01615-0138, US**

72 Inventor/es:

**BAUER, RALPH y  
YENER, DORUK**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 405 602 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**

Materiales compuestos piroretardantes

**REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUD O SOLICITUDES RELACIONADAS**

5 Esta solicitud es (i) una solicitud de continuación en parte de la Solicitud de Patente US 10/414.590, presentada el 16 de abril de 2003, que a su vez es una solicitud no provisional de la Solicitud Provisional US 60/374.014 presentada el 19 de abril de 2002, y (ii) una solicitud de continuación en parte de la Solicitud de Patente US 10/823.400, presentada el 13 de abril de 2004, y (iii) una continuación en parte de la Solicitud de Patente US 10/845.764, presentada el 14 de mayo de 2004. Se reivindica aquí la prioridad a las solicitudes anteriores, y su materia objeto se incorpora aquí como referencia.

**10 ANTECEDENTES**

Campo de la invención

La presente invención se refiere generalmente a materiales compuestos piroretardantes, y más particularmente a materiales compuestos piroretardantes que incluyen un material de base polimérico y una carga piroretardante para mejorar la retardación de la llama.

**15 Descripción de la técnica relacionada**

20 Con la rápida mejora en la tecnología a lo largo de las últimas décadas, se ha creado una demanda cada vez mayor de materiales de alto comportamiento, incluyendo cerámicos, metales y polímeros, para una miríada de aplicaciones. Por ejemplo, en el contexto de dispositivos microelectrónicos, las presiones del mercado dictan productos finales más pequeños, más rápidos y más sofisticados, que ocupan menos volumen y operan a mayores densidades de corriente. Estas mayores densidades de corriente incrementan adicionalmente la generación de calor y, a menudo, las temperaturas de operación. En este contexto, se ha hecho cada vez más importante por razones de seguridad implementar materiales de envasado microelectrónico que proporcionen piroresistencia ejemplar. El uso de materiales de envasado piroresistentes es uno de los ejemplos entre muchos en los que los diseñadores de productos han usado específicamente materiales piroresistentes. Por ejemplo, los polímeros termoplásticos piroresistentes son demandados como materiales de construcción.

25 Además, los organismos reguladores gubernamentales también han buscado materiales piroresistentes en ciertas aplicaciones para satisfacer problemas de seguridad siempre crecientes.

En consecuencia, la industria ha continuado demandando materiales compuestos mejorados, por ejemplo materiales mejorados a base de polímeros, que tengan características piroretardantes deseables.

**30 SUMARIO**

35 Según un aspecto de la presente invención, se proporciona un material compuesto polimérico piroretardante. El material compuesto incluye un material de base polimérico y una carga piroretardante proporcionada en el material de base polimérico, conteniendo la carga piroretardante material en partículas de boehmita sembrada que tiene una relación de aspecto no menor que 3:1, en el que el material compuesto tiene una retardación de la llama de V-0 a V-1 según UL94.

40 Según otro aspecto de la presente invención, el material compuesto incluye un material de base polimérico y una carga piroretardante proporcionada en el material de base polimérico, comprendiendo la carga piroretardante material en partículas de boehmita sembrada que tiene una relación de aspecto no menor que 3:1, en el que el material compuesto está en forma de una disolución de revestimiento de superficie, teniendo el material compuesto una retardación de la llama de V-1 a V-0 según UL 94 en forma revestida, y el material de base polimérico tiene una retardación de la llama de V-2 o mayor, funcionando la carga para mejorar la retardación de la llama del material compuesto.

**BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

45 La presente invención se puede entender mejor, y sus numerosos objetos, rasgos y ventajas se pueden hacer manifiestos para los expertos en la técnica haciendo referencia a los dibujos que se acompañan.

La FIG. 1 ilustra un flujo del procedimiento para formar un material compuesto polimérico según una realización de la presente invención.

La FIG. 2 ilustra un análisis termogravimétrico (TGA) de boehmita sembrada frente a ATH convencional.

El uso de los mismos símbolos de referencia en diferentes dibujos indica artículos similares o idénticos.

50

## DESCRIPCIÓN DE LA REALIZACIÓN O REALIZACIONES PREFERIDAS

Según un aspecto de la presente invención, se proporciona un material compuesto polimérico piroretardante, que incluye un material de base polimérico y una carga piroretardante. De forma notable, la carga piroretardante incluye un material en partículas de boehmita sembrada que tiene una relación de aspecto no menor que alrededor de 3:1. Típicamente, el material a base de polímero es un material que tiene significancia comercial y demanda en la industria, pero a veces no muestra propiedades piroretardantes nativas. Cuantitativamente, la retardación de la llama se puede medir según el ensayo de laboratorio UL 94, el denominado ensayo de combustión vertical. El ensayo UL 94 se lleva a cabo mediante los estándares ASTM D635, y a los materiales se les da una puntuación V basándose en varias características observadas, incluyendo el tiempo de la llama, tiempo de brillo, grado de combustión, así como la capacidad de la muestra para prender el algodón. Típicamente, los materiales a base de polímeros de interés y que necesitan características piroretardantes tienen una puntuación UL 94 de V-2 o superior, indicando volatilidad en ciertas condiciones. Más abajo se explican rasgos adicionales del material de base polimérico según las realizaciones de la presente invención. En primer lugar, volvemos a la carga piroretardante, particularmente el material en partículas de boehmita sembrada según realizaciones de la presente invención, que contribuye a una mejora significativa en la retardación de la llama.

Según un rasgo particular, se utiliza el material en partículas de boehmita sembrada en lugar de boehmita derivada de rutas de procesamiento sin siembra, incluyendo rutas de tratamiento hidrotérmico y precipitación sin siembra. Como se explica con más detalle más abajo, las realizaciones de la presente invención han demostrado una retardación ejemplar de la llama, incluso sin basarse en componentes piroretardantes adicionales para mejorar el comportamiento.

El material en partículas de boehmita sembrada se forma generalmente mediante un procedimiento que incluye proporcionar un precursor de boehmita y siembras de boehmita en una suspensión, y termotrear (tal como mediante tratamiento hidrotérmico) la suspensión (alternativamente sol o suspensión) para convertir el precursor de boehmita en un material en partículas de boehmita formado de partículas o cristalitas. Según un aspecto particular, el material en partículas de boehmita tiene una morfología relativamente alargada, descrita generalmente aquí en términos de relación de aspecto, descrito más abajo.

El término "boehmita" se usa generalmente aquí para representar hidratos de alúmina, incluyendo boehmita mineral, que es típicamente  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , y que tiene un contenido de agua del orden de 15%, así como pseudoboehmita, que tiene un contenido de agua mayor que 15%, tal como 20-38% en peso. Se señala que la boehmita (incluyendo pseudoboehmita) tiene una estructura cristalina particular e identificable, y en consecuencia un patrón único de difracción de rayos X, y, como tal, se distingue de otros materiales aluminosos, incluyendo otras alúminas hidratadas tales como ATH (trihidróxido de aluminio), un material precursor habitual usado aquí para la fabricación de materiales en partículas de boehmita.

La relación de aspecto, definida como la relación de la dimensión más grande a la siguiente dimensión más grande perpendicular a la dimensión más grande, generalmente no es menor que 2:1, y preferiblemente no menor que 3:1, 4:1, o 6:1. De hecho, ciertas realizaciones tienen partículas relativamente alargadas, tal como no menores que 9:1; 10:1, y en algunos casos no menores que 14:1. Con referencia particular a partículas con forma de aguja, las partículas se pueden caracterizar además con referencia a una relación de aspecto secundaria definida como la relación de la segunda dimensión más grande a la tercera dimensión más grande. La relación de aspecto secundaria es generalmente no mayor que 3:1, típicamente no mayor que 2:1, o incluso 1,5:1, y a menudo alrededor de 1:1. La relación de aspecto secundaria describe generalmente la geometría de sección transversal de las partículas en un plano perpendicular a la dimensión más larga.

Las partículas con forma laminilla o de plaqueta tienen generalmente una estructura alargada que tiene las relaciones de aspecto descritas anteriormente en relación con las partículas con forma de aguja. Sin embargo, las partículas con forma de plaquetas tienen generalmente superficies principales opuestas, siendo las superficies principales opuestas generalmente planas y generalmente paralelas entre sí. Además, las partículas con forma de plaquetas se pueden caracterizar por tener una relación de aspecto secundario mayor que la de las partículas con forma de aguja, generalmente no menor que alrededor de 3:1, tal como no menor que alrededor de 6:1, o incluso no menor que 10:1. Típicamente, la dimensión más corta o dimensión de borde, perpendicular a las superficies principales opuestas o caras, es generalmente menor que 50 nanómetros.

La morfología del material en partículas de boehmita sembrada se puede definir además en términos de tamaños de partículas, más particularmente tamaño medio de partículas. Aquí, el material en partículas de boehmita sembrada, esto es, boehmita formada a través de un procedimiento de siembra (descrito con más detalle más abajo), tiene un tamaño de partículas o de cristalitas relativamente fino. Generalmente, el tamaño de medio de partículas no es mayor que alrededor de 1000 nanómetros, y cae en un intervalo de alrededor de 100 a 1000 nanómetros. Otras realizaciones tienen tamaños medios de partículas incluso más finos, tales como no mayores que alrededor de 800 nanómetros, 600 nanómetros, 500 nanómetros, 400 nanómetros, e incluso partículas que tienen un tamaño medio de partículas menor que 300 nanómetros, que representan un material en partículas fino. En ciertas realizaciones, el tamaño medio de partículas fue menor que 200 nanómetros, tal como en un intervalo de alrededor de 100 nanómetros a alrededor de 150 nanómetros.

Como se usa aquí, el “tamaño medio de partículas” se usa para representar la dimensión media más larga o longitudinal de las partículas. Debido a la morfología alargada de las partículas, la tecnología de caracterización convencional es generalmente inadecuada para medir el tamaño medio de las partículas, puesto que la tecnología de caracterización se basa generalmente en la suposición de que las partículas son esféricas o casi esféricas. En consecuencia, el tamaño medio de las partículas se determinó tomando múltiples muestras representativas y midiendo físicamente los tamaños de partículas encontrados en las muestras representativas. Tales muestras se pueden tomar mediante diversas técnicas de caracterización, tales como mediante microscopía electrónica de barrido (SEM).

Se ha encontrado que el presente material en partículas de boehmita sembrada tiene un tamaño medio de partículas fino, mientras que a menudo las tecnologías en competencia no basadas en siembra son generalmente incapaces de proporcionar tales tamaños medios de partículas finos en el contexto de partículas anisótropas. A este respecto, se señala que, a menudo en la bibliografía, los tamaños de partículas dados a conocer no se exponen en el contexto de medias como en la presente memoria descriptiva, sino más bien en el contexto de un intervalo nominal de tamaños de partículas derivados de la inspección física de las muestras del material en partículas. En consecuencia, el tamaño medio de las partículas caerá dentro del intervalo dado a conocer dentro del intervalo dado a conocer en la técnica anterior, generalmente a alrededor del punto medio aritmético del intervalo dado a conocer, para la distribución gaussiana esperada de tamaños de partículas. Dicho alternativamente, aunque las tecnologías no basadas en siembra pueden dar un tamaño fino de partículas, tal tamaño fino generalmente representa el límite inferior de una distribución observada de tamaños de partículas, y no el tamaño medio de las partículas.

Igualmente, de manera similar, las relaciones de aspecto dadas anteriormente corresponden generalmente a la relación media de aspecto tomada de un muestreo representativo, en lugar de límites superiores o inferiores asociados con las relaciones de aspecto del material en partículas. A menudo, en la bibliografía, las relaciones de aspecto de las partículas dadas a conocer no se exponen en el contexto de medias como en la presente memoria descriptiva, sino más bien en el contexto de un intervalo nominal de relaciones de aspecto derivadas de la inspección física de las muestras del material en partículas. En consecuencia, la relación de aspecto media caerá dentro de un intervalo dado a conocer en la técnica anterior, generalmente en alrededor del punto medio aritmético del intervalo dado a conocer, para la distribución gaussiana esperada de la morfología de las partículas. Dicho como alternativa, aunque las tecnologías no basadas en siembra pueden dar relaciones de aspecto, tal dato generalmente representa el límite inferior de una distribución de relaciones de aspectos observada, y no la relación media de aspecto.

Además de la relación de aspecto y del tamaño medio de las partículas del material en partículas, la morfología del material en partículas se puede caracterizar además en términos de la superficie específica. Aquí, se utilizó la técnica de BET normalmente disponible para medir la superficie específica del material en partículas. Según realizaciones aquí, el material en partículas de boehmita tiene una superficie específica relativamente elevada, generalmente no menor que alrededor de  $10 \text{ m}^2/\text{g}$ , tal como no menor que alrededor de  $50 \text{ m}^2/\text{g}$ ,  $70 \text{ m}^2/\text{g}$ , o no menor que alrededor de  $90 \text{ m}^2/\text{g}$ . Puesto que la superficie específica es una función de la morfología de las partículas así como del tamaño de las partículas, generalmente la superficie específica de las realizaciones fue menor que  $400 \text{ m}^2/\text{g}$ , tal como menor que alrededor de  $350$  ó  $300 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Volviendo a los detalles de los procedimientos mediante los cuales se puede fabricar el material en partículas de boehmita, las partículas de boehmita con forma generalmente elipsoide, de aguja, o de plaqueta, se forman a partir de un precursor de boehmita, típicamente un material aluminoso que incluye minerales bauxíticos, mediante tratamiento hidrotérmico como se describe generalmente en la patente de propiedad común descrita anteriormente, patente US 4.797.139. Más específicamente, el material en partículas de boehmita se puede formar combinando el precursor de boehmita y semillas de boehmita en suspensión, exponiendo la suspensión (alternativamente sol o suspensión) a tratamiento térmico para provocar la conversión del material de partida en material en partículas de boehmita, influido adicionalmente por las semillas de boehmita proporcionadas en la suspensión. El calentamiento se lleva a cabo generalmente en un entorno autógeno, esto es, en un autoclave, de manera que se genera una presión elevada durante el procesamiento. El pH de la suspensión se selecciona generalmente de un valor menor que 7 o mayor que 8, y el material de semilla de boehmita tiene un tamaño de partículas más fino que alrededor de  $0,5$  micrómetros. Generalmente, las partículas de siembra están presentes en una cantidad mayor que alrededor de  $1\%$  en peso del precursor de boehmita (calculado como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), y el calentamiento se lleva a cabo a una temperatura mayor que alrededor de  $120^\circ\text{C}$ , tal como mayor que alrededor de  $125^\circ\text{C}$ , o incluso mayor que alrededor de  $130^\circ\text{C}$ , y a una presión mayor que alrededor de  $85 \text{ psi}$ , tal como mayor que alrededor de  $90 \text{ psi}$ ,  $100 \text{ psi}$ , o incluso mayor que alrededor de  $110 \text{ psi}$ .

El material en partículas se puede fabricar con condiciones hidrotérmicas extendidas combinadas con niveles de siembra relativamente bajos y pH ácido, dando como resultado un crecimiento preferente de boehmita a lo largo de un eje o de dos ejes. Se puede usar un tratamiento hidrotérmico más prolongado para producir una relación de aspecto incluso mayor y más alta de las partículas de boehmita y/o partículas más grandes en general.

Después del tratamiento térmico, tal como mediante tratamiento hidrotérmico, y de la conversión de la boehmita, el contenido líquido se elimina generalmente, tal como a través de un procedimiento de ultrafiltración o mediante tratamiento térmico para evaporar el líquido que queda. Después, la masa resultante se tritura generalmente, tal

como hasta malla 100. Se ha de observar que el tamaño en partículas descrito aquí describe generalmente los cristallitos individuales formados mediante procesamiento, en lugar de los agregados que pueden quedar en ciertas realizaciones (por ejemplo, para aquellos productos que requieren un material agregado).

5 Según los datos reunidos por los presentes inventores, durante el procesamiento del material de partida de boehmita se pueden modificar varias variables, para afectar a la morfología deseada. Estas variables incluyen de forma notable la relación en peso, esto es, la relación de precursor de boehmita a semilla de boehmita, el tipo particular o especie de ácido o base usado durante el procesamiento (así como el nivel de pH relativo), y la temperatura (que es directamente proporcional a la presión en un entorno hidrotérmico autógeno) del sistema.

10 En particular, cuando se modifica la relación en peso mientras que se mantienen constantes las otras variables, se modifican la forma y el tamaño de las partículas que forman el material en partículas de boehmita. Por ejemplo, cuando el procesamiento se lleva a cabo a 180°C durante dos horas en una disolución de ácido nítrico al 2% en peso, una relación de ATH:semilla de boehmita de 90:10 forma partículas con forma de aguja (siendo ATH una especie de precursor de boehmita). Por el contrario, cuando la relación de ATH:semilla de boehmita se reduce hasta un valor de 80:20, las partículas adoptan una forma más elíptica. Aún más, cuando la relación se reduce adicionalmente hasta 60:40, las partículas se hacen casi esféricas. En consecuencia, lo más típico, la relación de precursor de boehmita a semillas de boehmita no es menor que alrededor de 60:40, tal como no menor que alrededor de 70:30 u 80:20. Sin embargo, para asegurar niveles de siembra adecuados para promover la morfología fina de partículas que se desea, la relación en peso de precursor de boehmita a semillas de boehmita generalmente no es mayor que alrededor de 99:1, o 98:2. Basándose en lo anterior, un incremento en la relación en peso aumenta generalmente la relación de aspecto, mientras que una disminución en la relación en peso generalmente disminuye la relación de aspecto.

25 Además, cuando se modifica el tipo de ácido o base, manteniendo constantes las otras variables, se ven afectados la forma (por ejemplo, relación de aspecto) y el tamaño de las partículas. Por ejemplo, cuando el procesamiento se lleva a cabo a 100°C durante dos horas con una relación de ATH:semilla de boehmita de 90:10 en una disolución de ácido nítrico al 2% en peso, las partículas sintetizadas tienen generalmente una forma de aguja; por el contrario, cuando el ácido se sustituye por HCl a un contenido de 1% en peso o menos, las partículas sintetizadas son generalmente casi esféricas. Cuando se utiliza 2% en peso o mayor de HCl, las partículas sintetizadas tienen generalmente una forma de aguja. A 1% en peso de ácido fórmico, las partículas sintetizadas tienen una forma de plaquetas. Además, con el uso de una disolución básica, tal como KOH al 1% en peso, las partículas sintetizadas tienen forma de plaquetas. Si se utiliza una mezcla de ácidos y bases, tal como KOH al 1% en peso y ácido nítrico al 0,7% en peso, la morfología de las partículas sintetizadas tiene forma de plaquetas.

35 Los ácidos y bases adecuados incluyen ácidos minerales tales como ácido nítrico, ácidos orgánicos tales como ácido fórmico, ácidos halogenados tales como ácido clorhídrico, y sales ácidas tales como nitrato de aluminio y sulfato de magnesio. Las bases eficaces incluyen, por ejemplo, aminas, incluyendo amoníaco, hidróxidos alcalinos tales como hidróxido de potasio, hidróxidos alcalinos tales como hidróxido de calcio, y sales básicas.

40 Aún más, cuando se modifica la temperatura mientras se mantienen constantes otras variables, los cambios típicamente se manifiestan en el tamaño de las partículas. Por ejemplo, cuando el procesamiento se lleva a cabo a una relación de ATH:semilla de boehmita de 90:10 en una disolución de ácido nítrico al 2% en peso a 150°C durante dos horas, se encontró que el tamaño cristalino a partir de XRD (caracterización mediante difracción de rayos X) fue 115 Angstroms. Sin embargo, a 160°C, se encontró que el tamaño medio de las partículas fue 143 Angstroms. En consecuencia, a medida que se incrementa la temperatura, también se incrementa el tamaño de las partículas, representando una relación directamente proporcional entre el tamaño de las partículas y la temperatura.

Los siguientes ejemplos se centran en la síntesis de boehmita sembrada.

#### **Ejemplo 1, Síntesis de partículas con forma de lámina**

45 Se cargó un autoclave con 7,42 lb. de trihidróxido de aluminio Hydral 710 adquirido en Alcoa; 0,82 lb de boehmita obtenida de SASOL con el nombre pseudoboehmita Catapal B; 66,5 lb de agua desionizada; 0,037 lb de hidróxido potásico; y 0,18 lb de ácido nítrico al 22% en peso. La boehmita se dispersó previamente en 5 lb del agua y 0,18 lb del ácido antes de añadirla al trihidróxido de aluminio y el agua restante e hidróxido de potasio.

50 El autoclave se calentó a 185°C durante un período de 45 minutos, y se mantuvo a esa temperatura durante 2 horas con agitación a 530 rpm. Se alcanzó y se mantuvo una presión generada de forma autógena de alrededor de 163 psi. Después, la dispersión de boehmita se retiró del autoclave. Después del autoclave, el pH del sol fue alrededor de 10. El contenido líquido se eliminó a una temperatura de 65°C. La masa resultante se trituró hasta una malla menor que 100. La SSA del polvo resultante fue alrededor de 62 m<sup>2</sup>/g. El tamaño medio de las partículas (longitud) estuvo dentro de un intervalo de alrededor de 150 a 200 nm, según el análisis de imagen mediante SEM.

#### **Ejemplo 2, Síntesis de partículas con forma de aguja**

55 Se cargó un autoclave con 250 g de trihidróxido de aluminio Hydral 710 adquirido en Alcoa; 25 g de boehmita obtenida de SASOL con el nombre pseudoboehmita Catapal B; 1000 g de agua desionizada; 34,7 g de ácido nítrico

al 18%. La boehmita se dispersó previamente en 100 g del agua y 6,9 g del ácido antes de añadirla al trihidróxido de aluminio y el agua restante y ácido.

5 El autoclave se calentó a 180°C durante un período de 45 minutos, y se mantuvo a esa temperatura durante 2 horas con agitación a 530 rpm. Se alcanzó y se mantuvo una presión generada de forma autógena de alrededor de 150 psi. Después, la dispersión de boehmita se retiró del autoclave. Después del autoclave, el pH del sol fue alrededor de 3. El contenido líquido se eliminó a una temperatura de 95°C. La masa resultante se trituró hasta una malla menor que 100. La SSA del polvo resultante fue alrededor de 120 m<sup>2</sup>/g. El tamaño medio de las partículas (longitud) estuvo dentro de un intervalo de alrededor de 150 a 200 nm, según el análisis de imagen mediante SEM.

### Ejemplo 3, Síntesis de partículas con forma elipsoidal

10 Se cargó un autoclave con 220 g de trihidróxido de aluminio Hydral 710 adquirido en Alcoa; 55 g de boehmita obtenida de SASOL con el nombre pseudoboehmita Catapal B; 1000 g de agua desionizada; 21,4 g de ácido nítrico al 18%. La boehmita se dispersó previamente en 100 g del agua y 15,3 g del ácido antes de añadirla al trihidróxido de aluminio y el agua restante y ácido.

15 El autoclave se calentó a 172°C durante un período de 45 minutos, y se mantuvo a esa temperatura durante 3 horas con agitación a 530 rpm. Se alcanzó y se mantuvo una presión generada de forma autógena de alrededor de 120 psi. Después, la dispersión de boehmita se retiró del autoclave. Después del autoclave, el pH del sol fue alrededor de 4. El contenido líquido se eliminó a una temperatura de 95°C. La masa resultante se trituró hasta una malla menor que 100. La SSA del polvo resultante fue alrededor de 135 m<sup>2</sup>/g. El tamaño medio de las partículas (longitud) estuvo dentro de un intervalo de alrededor de 150 a 200 nm, según el análisis de imagen mediante SEM.

### 20 Ejemplo 4, Síntesis de partículas casi esféricas

Se cargó un autoclave con 165 g de trihidróxido de aluminio Hydral 710 adquirido en Alcoa; 110 g de boehmita obtenida de SASOL con el nombre pseudoboehmita Catapal B; 1000 g de agua desionizada; 35,2 g de ácido nítrico al 18%. La boehmita se dispersó previamente en 100 g del agua y 30,6 g del ácido antes de añadirla al trihidróxido de aluminio y el agua restante y ácido.

25 El autoclave se calentó a 160°C durante un período de 45 minutos, y se mantuvo a esa temperatura durante 2,5 horas con agitación a 530 rpm. Se alcanzó y se mantuvo una presión generada de forma autógena de alrededor de 100 psi. Después, la dispersión de boehmita se retiró del autoclave. Después del autoclave, el pH del sol fue alrededor de 3,5. El contenido líquido se eliminó a una temperatura de 95°C. La masa resultante se trituró hasta una malla menor que 100. La SSA del polvo resultante fue alrededor de 196 m<sup>2</sup>/g.

30 Volviendo al material de base polimérico del material compuesto, el material se puede formar de polímeros que incluyen materiales elastoméricos, tales como poliolefinas, poliésteres, fluoropolímeros, poliamidas, poliimidias, policarbonatos, polímeros que contienen estireno, resinas epoxídicas, poliuretano, polifenol, silicona, o sus combinaciones. En una realización ejemplar, el material compuesto polimérico se forma de silicona, elastómero de silicona, y geles de silicona. La silicona, el elastómero de silicona y los geles de silicona se pueden formar usando diversos monómeros organosiloxánicos que tienen grupos funcionales tales como grupos alquilo, grupos fenilo, grupos vinilo, grupos glicidoxi, y grupos metacriloxi, y se pueden catalizar usando catalizador a base de platino o de peróxido. Las siliconas ejemplares pueden incluir vinilpolidimetilsiloxano, polietiltriépoxisilano, dimetil hidrógeno siloxano, o sus combinaciones. Otros ejemplos incluyen siloxanos alifáticos, aromáticos, sustituidos con ésteres, con éteres, y con epoxi. En una realización particular, el material compuesto polimérico comprende vinilpolidimetilsiloxano. En otra realización particular, el material compuesto polimérico comprende dimetil hidrógeno siloxano. Los geles de silicona son de particular interés para la pegajosidad, y se pueden formar con adición de un diluyente.

45 Los aspectos de la presente invención son particularmente útiles para materiales base poliméricos que no tienen una retardación de la llama robusta nativa, tales como aquellos polímeros que tienen una retardación de la llama de V-2 o mayor. Por ejemplo, el nailon 6, señalado más abajo, se ha caracterizado por tener una retardación de la llama nativa de V-2. En consecuencia, como un subconjunto de polímeros que se benefician de aditivos de retardación de la llama según aspectos de la presente invención incluyen: polímeros no clorados, polímeros no fluorados, y se pueden seleccionar del grupo que consiste en poliolefinas, poliésteres, poliamidas, poliimidias, policarbonatos, polímeros que contienen estireno, resinas epoxídicas, poliuretano, polifenol, y sus combinaciones.

50 El material compuesto polimérico puede comprender al menos alrededor de 0,5 a alrededor de 50% en peso de material en partículas de boehmita, tal como alrededor de 2 a alrededor de 30% en peso. Según un rasgo, la retardación ejemplar de la llama se puede lograr incluso a cargas bajas, tal como en un intervalo de alrededor de 2 a 15% en peso del material compuesto total.

55 A menudo, el material compuesto está en forma de un componente (forma curada), y puede encontrar uso práctico como componente estructural polimérico tal como un material de construcción. Típicamente, el material de base polimérico se combina con el material de carga de boehmita para formar el material compuesto, tal como mezclar los

componentes y, en caso de componentes estructurales, seguido del conformado para darle forma. El conformado para darle forma no se necesitaría en caso de composiciones de revestimiento.

5 Volviendo a la FIG. 1, un procedimiento para formar un componente polimérico en el que un componente base polimérico se combina con boehmita. En el flujo del procedimiento particular, se forma un componente polimérico moldeado mediante moldeo por inyección. La FIG. 1 detalla el flujo del procedimiento para un componente polimérico a base de nailon 6 que puede tomar diversos contornos y configuraciones geométricas para el uso final particular. Como se describe, la materia prima de nailon 6 se seca en primer lugar, seguido del premezclamiento con boehmita en diversos niveles de carga. El nailon y la boehmita premezclados se extruyen entonces para formar extrusados peletizados, que entonces se enfrían y se secan. El artículo final se conforma entonces mediante moldeo por inyección, proporcionando los extrusados peletizados el material de materia prima para el procedimiento de moldeo. La configuración geométrica particular puede variar ampliamente dependiendo del uso final, pero aquí se extruyeron barras planas que se usaron entonces como muestras de ensayo para la retardación de la llama.

15 Siguiendo el flujo del procedimiento anterior, se seleccionaron dos niveles de carga de cargas diferentes para el ensayo de la retardación de la llama, 3% en peso y 5% en peso de boehmita fina con forma de aguja (como alternativa, denominada forma de varilla o de cerda). Las muestras se ensayaron según UL 94V, utilizando los criterios de clasificación a continuación en la Tabla 1.

Tabla 1

Condiciones de criterio	94V-0	94V-1	94V-2
Tiempo de llama, T1 o T2	≤10 s	≤30 s	≤30 s
Tiempo de llama, T1 + T2	≤50 s	≤250 s	≤250 s
Tiempo de brillo, T3	≤30 s	≤ 60 s	≤60 s
¿Se quemó la muestra en la abrazadera de agarre? sí/no	No	No	No
¿Prendió la muestra el algodón? Sí/no	No	No	Sí

20 Como resultado del ensayo, tanto los niveles de carga del 3% en peso como del 5% en peso proporcionaron la puntuación V-0 muy deseable. Tal retardación ejemplar de la llama es sobresaliente por diversas razones. La puntuación V-0 se logró a niveles de carga muy moderados, y sin inclusión de cargas pirorretardantes adicionales. Sin embargo, se debería observar que se pueden incorporar cargas adicionales en ciertas realizaciones para lograr la retardación de la llama adicional, aunque el material de boehmita sembrada particular descrito anteriormente proporciona una mejora notable en la retardación de la llama sin que se base en cargas adicionales.

25 La retardación de la llama dada anteriormente toma significado incluso adicional cuando se compara con el estado de la técnica. Por ejemplo, se han proporcionado otros informes en los que el material de boehmita fino sólo ha sido capaz de proporcionar una retardación limitada de la llama, y no V-0 como se da aquí. Sin embargo, los aditivos de boehmita utilizados en estos otros informes generalmente no son una boehmita sembrada, y se forman a través de un procedimiento sin siembra, incluyendo rutas de procesamiento hidrotérmico sin siembra, o mediante precipitación. Aunque no se desea estar atados por ninguna teoría particular, se cree que la ruta de procesamiento sembrada contribuye a la retardación ejemplar de la llama dada a conocer aquí. Una posible explicación para esto es que el material de boehmita sembrada tiene rasgos morfológicos únicos, quizás incluso más allá de las morfologías descritas anteriormente en relación con las relaciones de aspecto primaria y secundaria que forman partículas alargadas con forma de plaquetas y de agujas. Sin embargo, se cree adicionalmente que las morfologías de relación elevada de aspecto permitidas por la ruta de procesamiento sembrada también pueden contribuir adicionalmente a la retardación ejemplar de la llama. Las partículas de relación elevada de aspecto pueden proporcionar una ruta curva o tortuosa para la migración del oxígeno, inhibiendo de ese modo la propagación de las llamas debido a la migración reducida del oxígeno hacia el frente o área de la llama.

40 Volviendo a la FIG. 2, se dan los resultados del análisis termogravimétrico (TGA) para boehmita con forma de cerda (aguja), en comparación con ATH convencional. Como se muestra, el material en partículas de boehmita con forma de aguja pierde agua cristalina (en oposición a adsorbida o absorbida) a menores temperaturas, y continúa perdiendo agua a temperaturas por encima de ATH, extendiéndose en el intervalo de 500°C. La dinámica asociada con la pérdida de agua asociada con el material en partículas de boehmita sembrada también puede explicar parcialmente las características de retardación de la llama dadas a conocer aquí.

45 Aunque lo anterior se ha centrado en componentes de materiales compuestos poliméricos, tal como componentes estructurales, también se señala que el material compuesto polimérico puede estar también en forma de una disolución de revestimiento de superficie, tal como una formulación de pintura que contenga un polímero. Por supuesto, al igual que el componente polimérico descrito anteriormente, las características de retardación de la

llama están generalmente asociadas con el material curado. En consecuencia, en el caso de disoluciones de revestimiento de superficie, la retardación de la llama está asociada con el revestimiento curado seco. Para detalles adicionales de disoluciones de revestimiento de superficies, se dirige al lector a la Solicitud de Patente U.S. 10/823.400 correspondiente, presentada el 13 de abril de 2004, Número de Expediente 1055-A4363, incorporada aquí como referencia.

Según un aspecto adicional de la invención, la carga piroretardante también puede estar en forma de una mezcla de componentes piroretardantes, incluyendo óxido de hierro, y un componente vitrificante, tal como boratos metálicos, preferiblemente borato de cinc, junto con el material en partículas de boehmita sembrada descrito con detalle anteriormente. También se puede incorporar ATH convencional. Otra carga puede incluir materiales tales como fibras de vidrio, nanoarcillas, alúmina (por ejemplo, alfa-alúmina submicrométrica), y carbono.

El material compuesto polimérico puede incluir además cargas térmicamente conductoras, tales como alúmina y nitruro de boro. Como resultado, el material compuesto puede tener una conductividad térmica no menor que alrededor de  $0,5 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ , tal como no menor que  $1,0 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ , o no menor que  $2,0 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ , particularmente adecuada para aplicaciones que requieren un comportamiento de transferencia térmica, tal como un material de interfaz térmica usado en aplicaciones microelectrónicas.

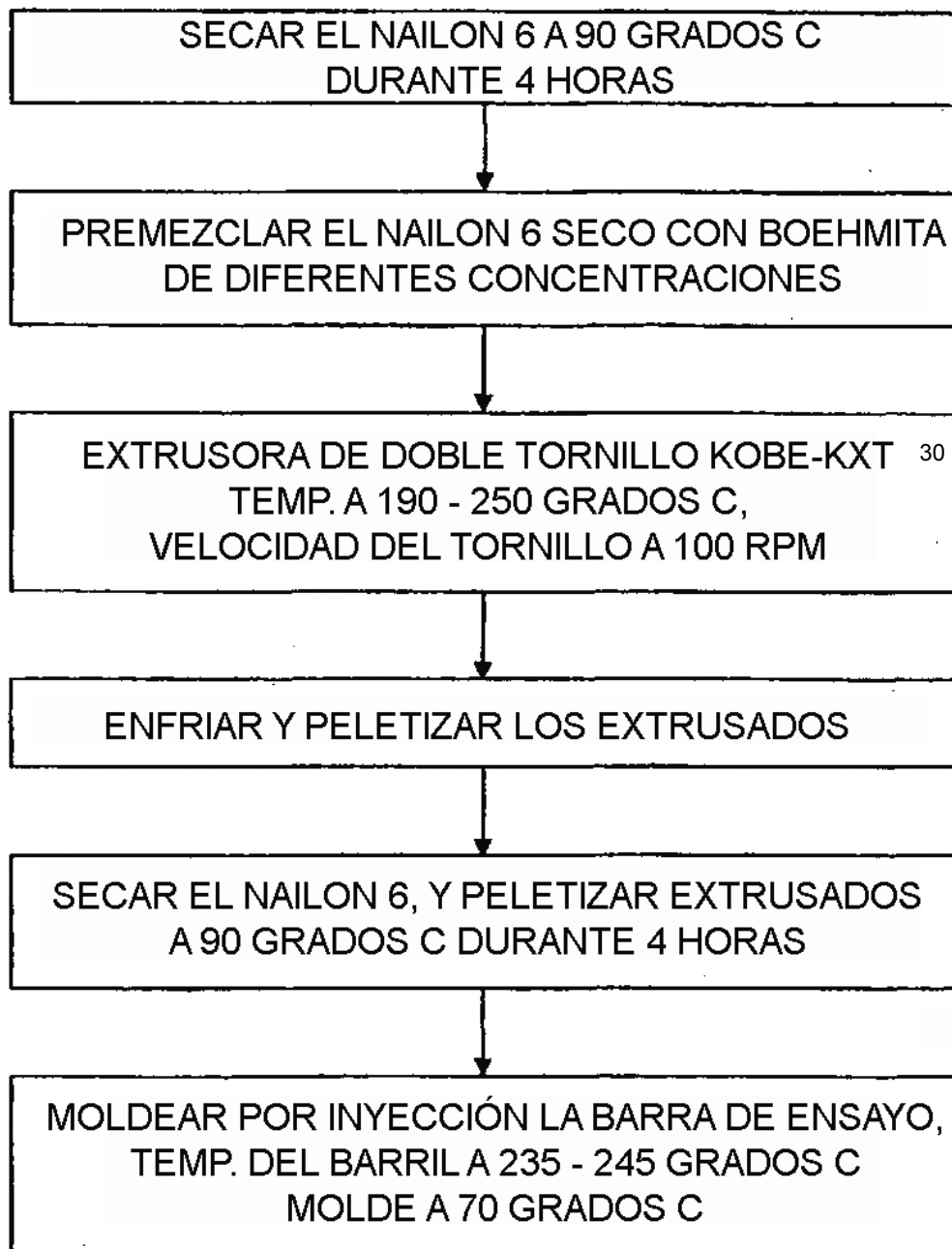
Aunque la invención se ha ilustrado y descrito en el contexto de realizaciones específicas, no se pretende estar limitada a los detalles mostrados, puesto que se pueden realizar diversas modificaciones y sustituciones sin separarse de ningún modo del alcance de la presente invención. Por ejemplo, se pueden proporcionar sustitutos adicionales o equivalentes, y se pueden emplear etapas de producción adicionales o equivalentes. Como tales, a las personas expertas en la técnica se les puede ocurrir modificaciones y equivalentes adicionales de la invención descrita aquí usando no más de una experimentación habitual, y se cree que todas las citadas modificaciones y equivalentes están dentro del alcance de la invención como se define mediante las siguientes reivindicaciones.



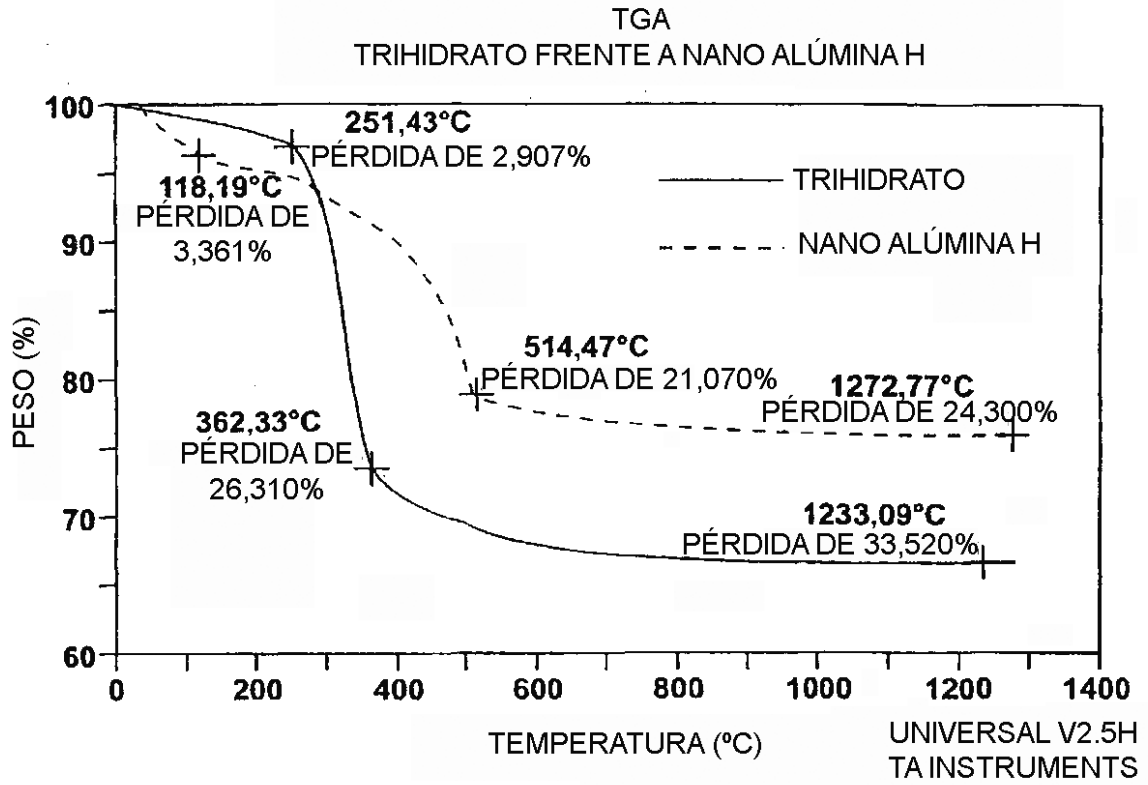
**REIVINDICACIONES**

1. Un material compuesto pirorretardante, que comprende:
- un material de base polimérico; y
- 5 una carga pirorretardante proporcionada en el material de base polimérico, comprendiendo la carga pirorretardante material en partículas de boehmita sembrada que tiene una relación de aspecto no menor que 3:1, en el que
- el material compuesto tiene una retardación de la llama de V-0 o V-1 según UL94.
2. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que el material compuesto tiene dicha retardación de la llama en forma curada.
- 10 3. El material compuesto de la reivindicación 2, en el que el material compuesto es un componente polimérico.
4. Un material compuesto polimérico pirorretardante, que comprende:
- un material de base polimérico; y
- 15 una carga pirorretardante proporcionada en el material de base polimérico, comprendiendo la carga pirorretardante material en partículas de boehmita sembrada que tiene una relación de aspecto no menor que 3:1, en el que
- el material compuesto está en forma de una disolución de revestimiento de superficie, teniendo el material compuesto una retardación de la llama de V-0 a V-1 según UL94 en forma revestida, y
- el material de base polimérico tiene una retardación de la llama de V-2 o mayor, funcionando la carga para mejorar la retardación de la llama del material compuesto.
- 20 5. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que el material de base polimérico se selecciona del grupo que consiste en poliolefinas, poliésteres, fluoropolímeros, poliamidas, poliimidaz, policarbonatos, polímeros que contienen estireno, resinas epoxídicas, poliuretano, polifenol, silicona, y sus combinaciones, y en el que el material de base polimérico es preferiblemente un polímero no clorado y un polímero no fluorado.
- 25 6. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que la carga pirorretardante incluye además componentes adicionales, seleccionándose preferiblemente los componentes adicionales del grupo que consiste en óxido de hierro y un agente vitrificante.
7. El material compuesto de la reivindicación 6, en el que el agente vitrificante incluye borato de cinc.
8. El material compuesto de la reivindicación 1, que comprende además una carga térmicamente conductora, seleccionándose preferiblemente la carga térmicamente conductora del grupo que consiste en nitruro de boro y alúmina.
- 30 9. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que el material compuesto comprende alrededor de 0,5 a 50,0% en peso, preferiblemente alrededor de 2,0 a 30,0% en peso, y más preferiblemente alrededor de 2,0 a 15,0% en peso de carga pirorretardante.
10. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que el material en partículas de boehmita sembrada tiene una relación de aspecto no menor que 4:1, preferiblemente no menor que 6:1, y más preferiblemente no menor que 9:1.
- 35 11. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que el material en partículas de boehmita sembrada comprende predominantemente partículas con forma de plaquetas, que tienen una relación de aspecto secundaria no menor que 3:1.
12. El material compuesto de la reivindicación 11, en el que la relación de aspecto secundaria no es menor que 6:1, y preferiblemente no menor que 10:1.
- 40 13. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que el material en partículas de boehmita sembrada comprende predominantemente partículas con forma de aguja.
14. El material compuesto de la reivindicación 13, en el que las partículas con forma de aguja tienen una relación de aspecto secundaria no mayor que 3:1, y preferiblemente no mayor que 2:1.
- 45 15. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que el tamaño medio de las partículas del material en partículas de boehmita sembrada no es mayor que 1000 nm, preferiblemente entre alrededor de 100 y 1000 nm, más preferiblemente no mayor que 800 nm, más preferiblemente no mayor que 600 nm, más preferiblemente no mayor que 500 nm, más preferiblemente no mayor que 400 nm, y más preferiblemente no mayor que 300 nm.

16. El material compuesto de la reivindicación 1, en el que el material en partículas de boehmita tiene una superficie específica no menor que alrededor de  $10 \text{ m}^2/\text{g}$ , siendo preferiblemente la superficie específica no menor que alrededor de  $50 \text{ m}^2/\text{g}$ , y más preferiblemente no menor que alrededor de  $70 \text{ m}^2/\text{g}$ .
- 5 17. El material compuesto de la reivindicación 16, en el que la superficie específica no es mayor que alrededor de  $400 \text{ m}^2/\text{g}$ .
18. Un método para formar un material compuesto polimérico pirorretardante, que comprende:
- proporcionar un material de base polimérico; y
- 10 combinar una carga pirorretardante con el material de base polimérico para formar el material compuesto polimérico pirorretardante, comprendiendo la carga pirorretardante material en partículas de boehmita sembrada que tiene una relación de aspecto no menor que 3:1, en el que
- el material compuesto tiene una retardación de la llama de V-0 o V-1 según UL94.
19. El método de la reivindicación 18, que incluye además conformar para dar forma, seguido de combinar el material compuesto pirorretardante que es un componente polimérico.
- 15 20. El método de la reivindicación 18, en el que el material compuesto pirorretardante es una disolución de revestimiento de superficie.
21. El método de la reivindicación 18, en el que el material de base polimérico tiene una retardación de la llama de V-2 o mayor, funcionando la carga para mejorar la retardación de la llama del material compuesto hasta V-1 o V-0 según UL 94.



**FIG. 1**



**FIG. 2**