

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 602 312**

51 Int. Cl.:

C01F 7/02 (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01)
C09K 21/02 (2006.01)
C09C 1/40 (2006.01)
C09C 1/02 (2006.01)
C08K 9/02 (2006.01)
H05K 1/03 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.06.2007** **PCT/IB2007/004663**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **31.12.2008** **WO09001169**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.06.2007** **E 07874562 (7)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.08.2016** **EP 2032506**

54 Título: **Hidróxido de aluminio**

30 Prioridad:

21.06.2006 US 815426 P 10.10.2006 US 828877 P
10.10.2006 US 828912 P 12.02.2007 US 889320 P
12.02.2007 US 889316 P 05.07.2006 US 818670 P
27.02.2007 US 891745 P 05.07.2006 US 818633 P
07.05.2007 US 916477 P 27.02.2007 US 891748 P
10.10.2006 US 828901 P 21.06.2006 US 815515 P
12.02.2007 US 889327 P 27.02.2007 US 891747 P
05.07.2006 US 818632 P 27.02.2007 US 891746 P
12.02.2007 US 889330 P 10.10.2006 US 828908 P
12.02.2007 US 889325 P 12.02.2007 US 889319 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.02.2017

73 Titular/es:

MARTINSWERK GMBH (100.0%)
KOLNER STRASSE 110
50127 BERGHEIM, DE

72 Inventor/es:

HERBIET, RENE, GABRIEL, ERICH;
TOEDT, WINFRIED;
KELLER, VOLKER ERNST WILLI y
PUETZ, NORBERT, WILHELM

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 602 312 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Hidróxido de aluminio

Campo de la invención

La presente invención se relaciona con retardantes de llama de hidróxido aluminio y su uso

5 Antecedentes de la invención

10 El hidróxido de aluminio tiene una variedad de nombres alternativos tales como hidrato de aluminio, trihidrato de aluminio etc., pero es indicado comúnmente como ATH. Las partículas de ATH encuentran uso como llenador en muchos materiales tales como, por ejemplo, plásticos, caucho, termoestable, papeles, etc. Estos productos encuentran uso en diferentes aplicaciones comerciales tales como compuestos de alambre y cable, cintas transportadoras, molduras termoplásticas, recubrimientos de pared, pisos, etc. El ATH es típicamente usado para mejorar el retardo de la llama de tales materiales y también actúa como un supresor de humo.

15 Los métodos para la síntesis de ATH son bien conocidos en la técnica. Por ejemplo, véase el documento EP 1 206 412 B1, que describe la producción de grados de hidróxido de aluminio precipitados finos en el que un licor cargado obtenido del procedimiento de Bayer se siembra con cristales de bayerita. Mediante el uso de condiciones controladas durante la cristalización, se pueden producir los grados ATH hechos a la medida con calidades de producto consistentes. Los grados ATH son típicamente distinguidos por dos características importantes, el tamaño de partícula mediana, comúnmente indicado como d_{50} , la superficie específica, comúnmente indicada como el área superficial específica BET, y estas dos características son criterios importantes para seleccionar un ATH para una aplicación específica.

20 El documento EP 0 807 603 3 A2 describe la producción de ATH con un área superficial específica BET 2 de al menos $30\text{m}^2/\text{g}$, una distribución de tamaño de poro máxima de 300 nm y un tamaño de partícula mediana de $1.0\text{ }\mu\text{m}$, que es usado como un llenador para composiciones de caucho de las cuales se hacen rodamientos de neumáticos.

25 Sin embargo, no se seleccionan solamente los ATH en sus d_{50} y/o áreas superficiales específicas BET. Por el contrario, los ATH también son seleccionados basados en el desempeño de composición de la resina que contiene ATH, y la demanda por mejor desempeño de composición ha aumentado. El desempeño de composición de una resina que contiene ATH está generalmente determinado mediante la visualización del consumo de energía en el motor de la máquina que compone usada en la composición de la resina que contiene ATH. Menos variaciones del consumo de energía en el motor de la máquina que compone, se traduce en un menor desgaste del motor que compone, mejora de resinas compuestas, y mayores rendimientos de la resina que contiene ATH durante la composición.

30 Por lo tanto, debido a que existe una demanda de rendimientos más altos de resinas de ATH de llama retardada, y es un atributo crítico el desempeño de la resina sintética de ATH de llama retardada que está vinculado a el ATH, los mezcladores se beneficiarán de, y por lo tanto existe una demanda por, un ATH que, durante la composición, permitirá mayores rendimientos en máquinas que componen como amasadoras Buss Ko, extrusoras de doble tornillo u otras máquinas adecuadas.

Breve descripción de las figuras

La Figura 1 muestra el volumen de poro V como una función de la presión aplicada para la realización de la segunda prueba de intrusión y un grado de ATH no. 1, un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con grados estándares.

40 La Figura 2 muestra el volumen de poro V específico trazado contra el radio de poro r para la realización de la segunda prueba de intrusión y un grado de ATH no. 1, un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con grados estándares.

45 La Figura 3 muestra el volumen de poro específico normalizado para un grado no. 1 de ATH, un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con grados estándares, se generó la gráfica con el volumen de poro específico máximo para cada grado de ATH establecido en 100%, y se dividieron los otros volúmenes específicos del grado de ATH correspondiente por este valor máximo.

La Figura 4 muestra el volumen de poro V específico como una función de la presión aplicada para la realización de la segunda prueba de intrusión y un grado no. 2 de ATH, un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con grados estándares.

La Figura 5 muestra el volumen de poro V específico trazado contra el radio de poro r para la realización de la segunda prueba de intrusión y un grado no. 2 de ATH, un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con grados estándares.

5 La Figura 6 muestra el volumen de poro específico normalizado para un grado no. 2 de ATH, un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con grados estándares, se generó la gráfica con el volumen de poro específico máximo para cada grado de ATH establecido en 100%, y se dividieron por este valor máximo los otros volúmenes específicos del grado ATH correspondiente.

10 La Figura 7 muestra el volumen de poro V específico como una función de la presión aplicada para la realización de la segunda prueba intrusión y un grado no. 3 de ATH, que no es un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con un grado estándar.

La Figura 8 muestra el volumen de poro V específico trazado contra el radio de poro r para la realización de la segunda prueba intrusión y un grado no. 3 de ATH, que no es un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con un grado estándar.

15 La Figura 9 muestra el volumen de poro específico normalizado para un grado no. 3 de ATH, que no es un ATH de acuerdo con la presente invención, en comparación con grados estándares, se generó la gráfica con el volumen de poro específico máximo para cada grado de ATH establecido en 100%, y se dividieron por este valor máximo otros volúmenes específicos del grado de ATH correspondiente.

La Figura 10 muestra el consumo de energía en el motor de un extrusor de descarga para el grado no. 1 de hidróxido aluminio inventivo usado en el Ejemplo 1.

20 La Figura 11 muestra el consumo de energía en el motor de un extrusor de descarga para el grado OL-104 LE de hidróxido de aluminio comparativo usado en el Ejemplo 2.

Resumen de la invención

25 Se pueden lograr rendimientos más altos de composición a través del uso de los ATH con mejor capacidad de humectación en el material sintético seleccionado. Un ATH con una pobre capacidad de mojarse en la resina sintética lleva a variaciones más altas en el consumo de energía del motor que compone durante la composición, que a su vez conduce a, a lo sumo, a una calidad de compuesto moderada, rendimientos bajos, y, a través del tiempo, puede representar un riesgo considerable para daño en el motor de la máquina que compone.

30 La presente invención se relaciona con partículas de ATH que tienen un radio de poro mediano (" r_{50} ") en el rango desde 0.09 hasta 0.33 μm , un BET, como se determinó por DIN-66132, en el rango desde 1 hasta 15 m^2/g , un volumen de poro específico máximo (" V_{max} ") en el rango desde 300 hasta 480 mm^3/g .

En otra realización, la presente invención se relaciona con una formulación de polímero con llama de retardo que comprende al menos una resina sintética en el rango desde 5 % en peso hasta 90 % en peso de dichas partículas de ATH.

Descripción detallada de la invención

35 La capacidad de mojarse las partículas de ATH con resinas depende de la morfología de las partículas de ATH, y los inventores de esto han descubierto inesperadamente que las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención tienen una mejor capacidad de mojarse en relación con partículas de ATH actualmente disponibles. Si bien no se desea estar ligado por la teoría, los inventores de esto creen que está mejor capacidad de mojarse es atribuible a una mejora en la morfología de las partículas de ATH divulgadas aquí.

40 Nuevamente, mientras no se desea estar ligado a la teoría, los inventores de esto creen que está morfología mejorada es atribuible al volumen de poro específico y/o radio de poro mediano (" r_{50} ") de las partículas de producto de ATH de la presente invención. Los inventores de esto creen que, para una molécula de polímero dada, un producto de ATH que tiene un agregado estructurado mayor contiene más poros y más grandes, y parece ser más difícil de mojar, que lleva a dificultades (variaciones superiores del consumo de energía en el motor) durante la
45 composición en amasadoras como amasadoras Buss Ko o extrusoras de doble tornillo u otras máquinas conocidas en la técnica y usados para este propósito. Por lo tanto, los inventores de esto han descubierto que un llenador de ATH caracterizado por tamaños de poro medianos más pequeños y/o volúmenes de poro totales inferiores se correlaciona con una mejor humectación con materiales poliméricos y resulta de esta forma en mejor comportamiento de composición, es decir menos variaciones del gasto de energía de los motores (motores) de
50 máquinas que componen usadas para componer una resina con retardo de llama que contiene el llenador de ATH.

Partículas de ATH de la presente invención

Las partículas de hidróxido de aluminio de acuerdo con la presente invención están caracterizadas por un cierto radio de poro mediano y/o un volumen de poro específico total inferior en 1000 bar, $V_{\max}$. Como se determinó por la porosimetría de mercurio. El r_{50} y el $V_{\max}$ de las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención se pueden derivar de porosimetría de mercurio. La teoría de porosimetría de mercurio está basada en el principio físico que un líquido no reactivo, que no se humecta no penetrará los poros hasta que se aplique una presión suficiente para forzar su entrada. De esta forma, entre más alta sea la presión necesaria para que el líquido entra en los poros, más pequeño será el tamaño del poro. Se encontró que un tamaño de poro pequeño y/o un volumen de poro específico total inferior se correlaciona con mejor capacidad de mojarse de las partículas de hidróxido aluminio. Se puede calcular el tamaño de poro de las partículas de hidróxido aluminio de la presente invención de datos derivados de la porosimetría de mercurio que usa un Porosimeter 2000 de Carlo Erba Strumentazione, Italia. De acuerdo con el manual del Porosimeter 2000, se usa la siguiente ecuación para calcular el radio de poro r de la presión medida p : $r = -2 \gamma \cos(\theta)/p$; en la que θ es el ángulo de humectación y γ es la tensión superficial. Las mediciones tomadas aquí usan un valor de 141.3° para θ : y se estableció γ para 480 dyn/cm.

Con el fin de mejorar la capacidad de repetir de las mediciones, se calculó el tamaño de poro de las partículas de ATH a partir de la realización de la segunda prueba de intrusión de ATH, como se describió en el manual del Porosimeter 2000. Se usó la realización de la segunda prueba porque los inventores observaron que una cantidad de mercurio que tiene el volumen V_0 permanece en la muestra de las partículas de ATH después de la extrusión, es decir después de la liberación de la presión a presión de ambiente. De esta forma, el r_{50} puede ser derivado de estos datos como se explicó anteriormente con referencia las Figuras 1, 2, y 3.

En la realización de la primera prueba, se prepara una muestra de ATH como se describió en el manual de Porosimeter 2000, y se midió el volumen de poro como una función de la presión p de intrusión aplicada que usa una presión máxima de 1000 bar. Se liberó la presión y permitió llegar a la presión de ambiente tras la terminación de la realización de la primera prueba. Una realización de la segunda prueba intrusión (de acuerdo con el manual del Porosimeter 2000) que usa la misma muestra de ATH, no alterada, se realizó a partir de la primera prueba, donde la medición del volumen de poro específico $V(p)$ de la realización de la segunda prueba, toma el volumen V_0 como un nuevo volumen de inicio, que es entonces establecido en cero para la realización de la segunda prueba.

En la realización de la segunda prueba de intrusión, se realizó nuevamente la medición del volumen de poro específico $V(p)$ de la muestra como una función de la presión de intrusión aplicada que usa una presión máxima de 1000 bar. La Figura 1 muestra el volumen V de poro específico como una función de la presión aplicada para la realización de la segunda prueba de intrusión y un ATH, grado no. 1, de acuerdo con la presente invención en comparación con productos de ATH actualmente disponibles comercialmente. El volumen de poro en 1000 bar, es decir la presión máxima usada en la medición, es indicada aquí como $V_{\max}$.

De la realización de la segunda prueba de intrusión de ATH, se calculó el radio r de poro por el Porosimeter 2000 de acuerdo con la fórmula $r = -2 \gamma \cos(\theta)/p$; en la que θ es el ángulo de humectación, γ es la tensión superficial y p es la presión de intrusión. Para todas las mediciones de r tomadas aquí, se usó un valor de 141.3° para θ y γ se estableció en 480 dyn/cm. El volumen de poro específico puede de esta forma ser trazado contra el radio de poro r . La Figura 2 muestra el volumen V de poro específico de la realización de la segunda prueba de intrusión (que usa la misma muestra) trazada contra el radio de poro r .

La Figura 3 muestra el volumen de poro específico normalizado de la realización de la segunda prueba de intrusión, trazado contra el radio r de poro, es decir en esta curva, el volumen de poro específico máximo de la realización de la segunda prueba de intrusión, $V_{\max}$, se estableció en 100% y se dividieron por este valor máximo otros volúmenes específicos para aquel ATH particular. El radio de poro en 50% del volumen de poro específico relativo, por definición, es llamado aquí radio de poro mediano r_{50} . Por ejemplo, de acuerdo con la Figura 3, el radio de poro mediano r_{50} a un ATH de acuerdo con la presente invención, es decir Inventivo 1, es 0.277 μm .

Se repitió el procedimiento descrito anteriormente usando una muestra de partículas de ATH de acuerdo con la presente invención, y se encontró que las partículas de ATH tienen un r_{50} , es decir un radio de poro en 50% del volumen de poro específico relativo, en el rango de 0.09 hasta 0.33 μm . En realizaciones preferidas de la presente invención, el r_{50} de las partículas de ATH está en el rango de 0.20 hasta 0.33 μm , más preferiblemente en el rango de 0.2 hasta 0.3 μm . En otras realizaciones preferidas, el r_{50} está en el rango de 0.185 hasta 0.325 μm , más preferiblemente en el rango de 0.185 hasta 0.25 μm . En aun otras realizaciones preferidas, el r_{50} está en el rango de 0.09 hasta 0.21 μm , más preferiblemente en el rango de 0.09 hasta 0.165 μm .

Las partículas de ATH de la presente invención se caracterizan por tener un $V_{\max}$, es decir volumen de poro específico máximo en 1000 bar, en el rango de 300 hasta 480 mm^3/g . En realizaciones preferidas de la presente invención, el $V_{\max}$ de las partículas de ATH está en el rango de 390 hasta 480 mm^3/g , más preferiblemente en el

rango de 410 hasta 450 mm³/g. En otras realizaciones preferidas, el $V_{\max}$ está en el rango de 400 hasta 480 mm³/g, más preferiblemente en el rango de 450 hasta 480 mm³/g.

Las partículas de ATH de la presente invención también pueden caracterizarse por tener una absorción de aceite, como se determinó por ISO 787-5: 1980 de en el rango de 1 hasta 35%. En algunas realizaciones preferidas, las partículas de ATH de la presente invención se caracterizan por tener una absorción de aceite en el rango de 23 hasta 30%, más preferiblemente en el rango de 25% hasta 28%. En otras realizaciones preferidas, las partículas de ATH de la presente invención se caracterizan por tener una absorción de aceite en el rango de 25% hasta 32%, más preferiblemente en el rango de 26% hasta 30%. En aun otras realizaciones preferidas, las partículas de ATH de la presente invención se caracterizan por tener una absorción de aceite en el rango de 25 hasta 35% más preferiblemente en el rango de 27% hasta 32%. En otras realizaciones, la absorción de aceite de las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención está en el rango de 19% hasta 23%, y en aún otras realizaciones, la absorción de aceite de las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención está en el rango de 21% to 25%.

Las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención se caracterizan por tener un área superficial específica BET, como se determinó por DIN-66132, en el rango de 1 hasta 15 m²/g. En realizaciones preferidas, las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención tiene una superficie específica BET en el rango de 3 hasta 6 m²/g, más preferiblemente en el rango de 3.5 hasta 5.5 m²/g. En otras realizaciones preferidas, las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención tienen una superficie específica BET en el rango de 6 hasta 9 m²/g, más preferiblemente en el rango de 6.5 hasta 8.5 m²/g. En aún otras realizaciones preferidas, las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención tienen una superficie específica BET en el rango de 9 hasta 15 m²/g, más preferiblemente en el rango de 10.5 hasta 12.5 m²/g.

Las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención también se pueden caracterizar por tener un d_{50} en el rango de 0.5 hasta 2.5 μm . En realizaciones preferidas, las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención tienen un d_{50} en el rango de 1.5 hasta 2.5 μm , más preferiblemente en el rango de 1.8 hasta 2.2 μm . En otras realizaciones preferidas, las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención tienen un d_{50} en el rango de 1.3 hasta 2.0 μm , más preferiblemente en el rango de 1.4 hasta 1.8 μm . En aún otras realizaciones preferidas, las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención tienen un d_{50} en el rango de 0.9 hasta 1.8 μm , más preferiblemente en el rango de 1.1 hasta 1.5 μm .

Se debe notar que todas las mediciones de diámetro de partícula, es decir, d_{50} , divulgados aquí se midieron por difracción de láser usando un espectrómetro de laser Cilas 1064 L de Quantachrome. Generalmente, el procedimiento usado aquí para medir el d_{50} , puede ser practicado mediante la introducción primero de una solución dispersante en agua adecuada (véase la reparación abajo) en el recipiente de preparación de la muestra del aparato. Se selecciona entonces la medición estándar llamada "Experto de Partícula", se selecciona también el modelo de medición "Rango 1", y se escogen entonces parámetros internos del aparato, que se aplican a la distribución de tamaño de partícula esperada. Debe notarse que durante las mediciones, la muestra está típicamente expuesta a ultrasonido por aproximadamente 60 segundos durante la dispersión y durante la medición. Después de que toma lugar una medición de fondo, se ubican desde 75 hasta 100 mg de la muestra que va a ser analizada en el recipiente de muestra con la solución de agua/dispersante y la medición iniciada. Se puede preparar la solución de agua/dispersante al preparar primero de un concentrado desde 500 g de Calgon, disponible de KMF Laborchemie, con 3 litros de CAL Polysalt, disponible de BASF. Esta solución está hecha de hasta 10 litros con agua desionizada. Se toman 100 ml de estos 10 litros originales y a su vez se diluyen más de 10 litros con agua desionizada, y se usa esta solución final como la solución dispersante en agua descrita anteriormente.

Producción de partículas de ATH de la presente invención

Las partículas de ATH de la presente invención pueden ser hechas por varios procedimientos tales como, por ejemplo, mediante atomización seca de una pasta producida de, por ejemplo, un procedimiento tal como aquel descrito anteriormente, y la molienda en seco; molino de secado de una pasta o de torta de filtración producida a partir de, por ejemplo, un procedimiento tal como aquel descrito abajo, con desaglomeración opcional; y molienda húmeda seguida por secado de atomización. Por ejemplo, véanse aquellos procedimientos divulgados en los documentos US 60/818,632; 60/899,316; 60/891,746; 60/891,745; 60/818,633; y 60/818,670. En algunas realizaciones, las partículas de ATH de la presente invención están hechas por un procedimiento que comprende molienda húmeda de una pasta de ATH que contiene en el rango de 1 hasta 40 % en peso, basado en el peso total de la pasta, partículas de ATH. La "molienda húmeda" como es usada aquí pretende indicar la puesta en contacto de la pasta de ATH con un medio de molienda en la presencia de un líquido. Los líquidos adecuados para uso en molienda húmeda aquí, son cualquier líquido que no solubilice sustancialmente el ATH, preferiblemente el líquido es agua. En algunos procedimientos de molienda húmeda adecuados para producir partículas de ATH de acuerdo con la presente invención, la pasta también puede contener un agente dispersante adecuado.

El medio de molienda usado en la molienda húmeda puede ser bolas, varillas, u otras formas hechas de diferentes materiales. Algunos materiales comunes de construcción para el medio de molienda incluyen cerámica, acero, aluminio, vidrio u óxido de circonio (ZrO_2). Para medio de molienda de cerámica, la densidad debe estar por encima de 2.5 g/cm^3 . Preferiblemente, se usa el medio de molienda basado en metal con una densidad de al menos 1.5 g/cm^3 , preferiblemente en el rango de 2.0 hasta 2.5 g/cm^3 . En procedimientos de molienda húmeda preferidos, el medio de molienda es seleccionado de aquellos medios que tienen una forma esférica general, más preferiblemente medio de molienda esférica que tiene un diámetro en el rango de 0.1 mm hasta 1.0 mm , más preferiblemente el medio de molienda es un medio de molienda de circonio, lo más preferiblemente óxido de circonio.

La pasta de ATH que es molida en humedad en la práctica de la presente invención puede ser obtenida de cualquier procedimiento usado para producir partículas de ATH. Preferiblemente se obtiene la pasta de un procedimiento que implica producir partículas de ATH a través de precipitación y filtración.

La molienda húmeda de la pasta de ATH resulta en una pasta de ATH que es recuperada de la operación de molienda húmeda por cualquier técnica comúnmente usada para recuperar productos molidos de operaciones de molienda húmeda. Se somete entonces a la pasta de ATH molida recuperada a secado. Se puede usar cualquier método de secado conocido en la técnica que es adecuado para secar una pasta de ATH. Los ejemplos no limitantes de los métodos de secado incluyen secado por atomización, que usan secadores de atomización como aquellos disponibles de la compañía Niro/Suecia, el secado instantáneo o secado de molienda celular que usa secadores de molienda comercialmente disponibles de la compañía Atritor, o aquellos disponibles de Altenburger Maschinen Jaeckering, GmbH. En algunas realizaciones, se seca la pasta de ATH molida por atomización, y en otras realizaciones, la pasta de ATH molida es secada usando un secador de molienda.

Uso como un retardo de llama

Las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención pueden ser usadas como retardo de llama en una variedad de resinas sintéticas. Los ejemplos no limitantes de resinas termoplásticas donde las partículas de ATH encuentran uso incluyen polietileno, copolímero de etileno-propileno, polímeros y copolímeros de olefinas C_2 a C_8 (α -olefina) tales como polibuteno, poli (4-metilpenteno- 1) o similares, copolímeros de estas olefinas y dieno, copolímero de etileno-acrilato, poliestireno, resina ABS, resina AAS, resina AS, resina MBS, resina de copolímero de cloruro de etileno-vinilo, resina de copolímero de etileno-acetato de vinilo, resina de polímero de injerto de cloruro-acetato de vinilo de etileno-vinilo, cloruro de vinilideno, cloruro de polivinilo, polietileno clorado, copolímero de cloruropropileno de vinilo, resina de acetato de vinilo, resina de fenoxi, y similares. Ejemplos adicionales de resinas sintéticas adecuadas incluyen resinas termoendurecibles tales como resina epoxi, resina de fenol, resina de melamina, resina de poliéster insaturada, resina alquídica y resina de urea y cauchos naturales o sintéticos tales como EPDM, caucho de butilo, caucho de isopreno, SBR, NIR, caucho de metano, caucho de polibutadieno, caucho acrílico, caucho de silicona, fluoro-elastómero, NBR y polietileno cloro-sulfonado también, se incluyen. Adicionalmente se incluyen suspensiones poliméricas (látex).

Preferiblemente, la resina sintética es una resina basada en polietileno tal como polietileno de alta densidad, polietileno de baja densidad, polietileno lineal de baja densidad, polietileno de ultra baja densidad, EVA (resina de etileno-acetato de vinilo), EEA (resina de etileno-acrilato de etilo), EMA (resina de copolímero de etileno-acrilato de metilo), EAA (resina de copolímero de etileno-ácido acrílico) y polietileno de peso molecular ultra alto; y polímeros y copolímeros de olefinas C_2 a C_8 (α -olefina) tales como polibuteno y poli(4-1-metilpenteno), cloruro de polivinilo y cauchos. En una realización más preferida, la resina sintética es una resina basada en polietileno.

Los inventores han descubierto que mediante el uso de las partículas de ATH de acuerdo con la presente invención como retardantes de llama en resinas sintéticas, se puede lograr mejor rendimiento de la composición, del hidróxido de aluminio que contiene resina sintética. Es altamente deseado el mejor desempeño de composición por aquellos mezcladores, fabricantes, etc. que producen compuestos con retardantes de llama altamente cargados y artículos extrudidos o artículos moldeados de ATH que contienen resinas sintéticas. Por altamente cargados, se indica que contienen la cantidad de retardo de llama de ATH, discutida abajo.

Por mejor rendimiento de composición, se indican las variaciones en la amplitud del nivel energía de las máquinas que componen como amasadoras Buss Ko o extrusoras de doble tornillo necesarias para mezclar una resina sintética que contienen partículas de ATH de acuerdo con la presente invención, son más pequeñas que aquellas de máquinas que componen, que mezclan una resina sintética en contienen partículas de ATH convencionales. Las pequeñas variaciones en el nivel de energía permiten mayores rendimientos de las resinas sintéticas que contienen ATH que van a ser mezcladas o extrudidas y/o un material más uniforme (homogéneo).

De esta forma, en una realización, la presente invención se relaciona con una formulación de polímero con retardo de llama que comprende al menos una resina sintética, seleccionada de aquellas descritas anteriormente, en

algunas realizaciones únicamente una y una cantidad de retardo de llama de partículas de ATH de acuerdo con la presente invención, y un artículo extrudido y/o moldeado hecho de la formulación de polímero con retardo de llama.

Por una cantidad de retardo de llama de ATH, se indica generalmente en el rango desde 5 % en peso hasta 90 % en peso, basada en el peso de la formulación de polímero con retardo de llama, y más preferiblemente desde 20 % en peso hasta 70 % en peso, en la misma base. En una realización más preferida, una cantidad de retardo de llama está desde 30 % en peso hasta 65 % en peso de las partículas de ATH, en la misma base.

La formulación de polímero con retardo de llama también puede contener otros aditivos comúnmente usados en la técnica. Los ejemplos no limitantes de otros aditivos que son adecuados para uso en las formulaciones que polímero con retardo de llama de la presente invención incluyen coadyuvantes de extrusión tales como ceras de polietileno, coadyuvantes de extrusión basados en Si, ácidos grasos; agentes de acoplamiento tales como silanos de amino, vinilo o alquilo o polímeros injertados de ácido maleico; estearato de sodio o estearato de calcio; organoperóxidos; colorantes; pigmentos; llenadores; agentes de soplado; desodorantes; estabilizadores térmicos; antioxidantes; agentes antiestáticos; agentes de refuerzo; eliminadores de metal o desactivadores; modificadores de impacto; coadyuvantes de procesamiento; coadyuvantes de liberación del molde, lubricantes; agentes anti-bloqueo; otros retardantes de llama; estabilizadores de UV; plastificantes; coadyuvantes de flujo; y similares. Si se desea, los agentes de nucleación tales como silicato de calcio o índigo pueden también ser incluidos en las formulaciones de polímero con retardo de llama. Las proporciones de otros aditivos opcionales son convencionales y pueden variar para satisfacer las necesidades de cualquier situación dada.

Los métodos de incorporación y adición de los componentes de la formulación de polímero con retardo de llama que se llevan a cabo, no son críticos para la presente invención y pueden ser conocidos por cualquiera en la técnica, siempre que el método seleccionado implique sustancialmente una mezcla uniforme. Por ejemplo, cada uno de los componentes anteriores, aditivos opcionales, si se usan, pueden ser mezclados usando una amasadora Buss Ko, mezclador interno, mezcladores Farrel o extrusoras de doble tornillo o en algunos casos también extrusoras de un tornillo individual o dos molinos de cilindro. Se puede moldear entonces la formulación de polímero con retardo de llama en un paso de procesamiento posterior, si se desea. En algunas realizaciones, se pueden usar aparatos que mezclan completamente los componentes para formar la formulación de polímero con retardo de llama y también moldean un artículo de la formulación de polímero con retardo de llama. Adicionalmente, se puede usar el artículo moldeado de la formulación de polímero con retardo de llama después de la fabricación de aplicaciones tales como procedimiento de estiramiento, procedimiento de realzamiento, recubrimiento, impresión, enchapado, perforación o corte. El artículo moldeado también puede ser fijado a un material diferente a la formulación de polímero con retardo de llama de la presente invención, tal como placas de yeso, madera, un tablero de bloque, un material metálico o de piedra. Sin embargo, la mezcla amasada también puede ser moldeada por inflación, moldeada por inyección, moldeada por extrusión, moldeada por soplado, moldeada por prensa, moldeada por rotación o moldeada por calandrado.

En el caso de un artículo extruido, se puede usar cualquier técnica de extrusión conocida por ser efectiva con la mezcla de resinas sintéticas descrita anteriormente. En una técnica a manera de ejemplo, la resina sintética, las partículas de hidróxido de aluminio, y componentes opcionales, si son escogidos, son compuestos en una máquina que compone para formar una formulación de resina con retardo de llama como se describió anteriormente. Se calienta entonces la formulación de resina con retardo de llama hasta un estado de fundido en una extrusora, y se extruye entonces la formulación de resina con retardo de llama fundida a través de un troquel seleccionado para formar un artículo extruido o para recubrir por ejemplo un alambre metálico o una fibra de vidrio usada para transmisión de datos.

La descripción anterior está dirigida a varias realizaciones de la presente invención. Los siguientes ejemplos ilustrarán la presente invención, pero no pretenden ser limitantes de ninguna manera.

Ejemplos

El r_{50} y V_{max} descritos en los ejemplos abajo se derivaron de porosimetría de mercurio que usa un Porosimeter 2000, como se describió anteriormente. Todos los d_{50} , BET, absorción de aceite, etc., a menos que se indique lo contrario, se midieron de acuerdo con las técnicas descritas anteriormente. También, el término "grado de hidróxido de aluminio de la invención" y "llenado de la invención" como es usado los ejemplos pretenden indicar un ATH de acuerdo con la presente invención, y "grado de hidróxido de aluminio comparativo" pretende indicar un ATH que está comercialmente disponible y no de acuerdo con la presente invención.

Ejemplo 1

Mediante la siembra de un licor de aluminato de sodio cargado divulgado en el documento EP 1 206 412 B1, se produjo un grado de hidróxido de aluminio sintético con un tamaño de partícula mediano de $d_{50} = 2.43 \mu\text{m}$ y una

superficie específica de $2.6 \text{ m}^2/\text{g}$. Se usaron técnicas de separación común y filtración para separar dicho hidróxido de aluminio sintético; después de pasos posteriores de lavado en filtros de banda, se licuó la pasta del filtro de hidróxido de aluminio resultante con un contenido sólido de 61% en peso mediante la adición de una cantidad suficiente del agente dispersante Antiprex A40 de Ciba hasta que la viscosidad de la pasta fue aproximadamente 150 cPoise. Se alimentó la pasta a un molino de perla, tipo KD 200 D de Bachofen/Suiza. Este molino contenía 270 kg de perlas pequeñas hechas de óxido de circonio con un diámetro de 0.6 mm. Se controló el rendimiento del molino de modo que después de secar por medio de un secador de atomización Niro F 100 y transporte del hidróxido de aluminio de la invención en un silo el resultante d_{50} fue $1.89 \mu\text{m}$ y la superficie específica fue $4.9 \text{ m}^2/\text{g}$. En el presente ejemplo, el rendimiento fue aproximadamente $3 \text{ m}^3/\text{h}$. La Figura 1 muestra el volumen de poro específico del grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1 como una función de la presión aplicada de la realización de la segunda prueba de intrusión. La Figura 2 muestra el volumen de poro específico del grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1 como una función del radio de poro. La Figura 3 muestra el volumen de poro específico normalizado del grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1 como una función del radio de poro en una escala lineal. Las propiedades del producto del grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1 se encuentran en la Tabla 1, abajo.

Ejemplo 2 - Comparativo

También se muestran la subida del producto del grado de hidróxido de aluminio comparativo Martinal OL-104 LE producido por Martinswerk GmbH y las propiedades de producto de dos grados de hidróxido de aluminio competitivo "Competitivo 1" y "Competitivo 2" en la Tabla 1.

Tabla 1				
	Radio de poro mediano ("r ₅₀ ") (mm)	Volumen de poro específico máximo (mm ³ /g)	Tamaño de partícula mediano d ₅₀ (mm)	Superficie BET específica (m ² /g)
ATH OL-104 LE Comparativo	0.419	529	1.83	3.2
Comparativo 1	0.353	504	1.52	3.2
Comparativo 2	0.303	615	1.61	4.0
Grade no. 1 de ATH de la Invención	0.277	439	1.89	4.9

Como se puede ver en la Tabla 1, el grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1, un ATH de acuerdo con la presente invención, tiene el radio de poro mediano más bajo y el volumen de poro específico máximo más bajo.

Ejemplo 3

Mediante la siembra de un licor de aluminato de sodio cargado, divulgado en el documento EP 1 206 412 B1, un grado de hidróxido de aluminio sintético con un tamaño de partícula mediano de $d_{50} = 2.43 \mu\text{m}$ y se produjo una superficie específica de $2.6 \text{ m}^2/\text{g}$. Se usaron técnicas de separación común y filtración para separar dicho hidróxido de aluminio sintético; después de pasos posteriores de lavado en filtros de banda, se licuó la pasta del filtro de hidróxido de aluminio resultante con un contenido sólido de 61% en peso mediante la adición de una cantidad suficiente del agente dispersante Antiprex A40 de Ciba hasta que la viscosidad de la pasta fue aproximadamente 150 cPoise. Se alimentó la pasta a un molino de perla, tipo KD 200 D de Bachofen/Suiza. Este molino contenía 270 kg de perlas pequeñas hechas de óxido de circonio con un diámetro de 0.6 mm. Se controló el rendimiento del molino de modo que después de secar por medio de un secador de atomización Niro F 100 y transporte del hidróxido de aluminio de la invención en un silo el resultante d_{50} fue $1.44 \mu\text{m}$ y la superficie específica fue $6.7 \text{ m}^2/\text{g}$. En el presente ejemplo, el rendimiento fue aproximadamente $2 \text{ m}^3/\text{h}$. La Figura 4 muestra el volumen de poro específico del grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 2 como una función de la presión aplicada de la realización de la segunda prueba de intrusión. La Figura 5 muestra el volumen de poro específico del grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 2 como una función del radio de poro, la Figura 6 muestra el volumen de poro específico normalizado del hidróxido de aluminio de la invención grade no. 2 como una función del radio de poro en una escala lineal. Las propiedades del producto del grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 2 se encuentran en la Tabla 2, abajo.

Ejemplo 4 - Comparativo

En la Tabla 2 también se muestra la subida del producto del grado de hidróxido de aluminio comparativo Martina! OL-107 LE producida por Martinswerk GmbH y las propiedades del producto del grado de hidróxido de aluminio competitivo "Competitivo 3".

Tabla 2				
	Radio de poro mediano ("r ₅₀ ") (μm)	Volumen de poro específico máximo V _{max} (mm ³ /g)	Tamaño de partícula mediano d ₅₀ (μm)	Superficie BET específica (m ² /g)
ATH OL-107 LE Comparativo	0.266	696	1.35	6.2
Comparativo 3	0.257	679	1.23	6.3
Grado no. 2 de ATH de la Invención	0.242	479	1.44	6.7

5

Como se puede ver en la Tabla 2, el grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 2 tiene el radio de poro mediano más bajo y el volumen de poro específico máximo más bajo.

Ejemplo 5 (no de acuerdo con la invención)

Mediante la siembra de un licor de aluminato de sodio cargado divulgado en el documento EP 1 206 412 B1, un grado de hidróxido de aluminio sintético con un tamaño de partícula mediano de d₅₀ = 2.43 μm y se produjo una superficie específica de 2.6 m²/g. Se usaron técnicas de separación común y filtración para separar dicho hidróxido de aluminio sintético; después de pasos posteriores de lavado en filtros de banda, se licuó la pasta del filtro de hidróxido de aluminio resultante con un contenido sólido de 61% en peso mediante la adición de una cantidad suficiente del agente dispersante Antiprex A40 de Ciba hasta que la viscosidad de la pasta fue aproximadamente 150 cPoise. Se alimentó la pasta a un molino de perla, tipo KD 200 D de Bachofen/Suiza. Este molino contenía 270 kg de perlas pequeñas hechas de dióxido de circonio con un diámetro de 0.6 mm. Se controló el rendimiento del molino de modo que después de secar por medio de un secador de atomización Niro F 100 y transporte del hidróxido de aluminio en un silo d₅₀ resultante fue 1.36 μm y la superficie específica fue 10.0 m²/g. En el presente ejemplo, el rendimiento fue aproximadamente 0.75 m³/h. La Figura 7 muestra el volumen de poro específico del grado de hidróxido de aluminio no. 3 como una función de la presión aplicada de la realización de la segunda prueba de intrusión. La Figura 8 muestra el volumen de poro específico del grado de hidróxido de aluminio no. 3 como una función del radio de poro. La Figura 9 muestra el volumen de poro específico normalizado del grado de hidróxido de aluminio no. 3 como una función del radio de poro en una escala lineal. Las propiedades del producto del grado de hidróxido de aluminio no. 3 se encuentran en la Tabla 3, abajo.

Ejemplo 6 - Comparativo

La subida del producto del grado de hidróxido de aluminio comparativo Martinal OL-111 LE producida por Martinswerk GmbH también se muestra en la Tabla 3.

Tabla 3				
	Radio de poro mediano ("r ₅₀ ") (mm)	Volumen de poro específico máximo V _{max} (mm ³ /g)	Tamaño de partícula mediano d ₅₀ (mm)	Superficie BET específica (m ² /g)
ATH OL-111LE Comparativo	0.193	823	1.23	10.1
Grado no. 3 de ATH	0.175	588	1.36	10.0

Como se puede ver en la Tabla 3, el grado de hidróxido de aluminio no. 3 tiene un radio de poro mediano inferior y un volumen de poro específico máximo inferior.

30

Ejemplo 7

Se mezclaron 396,9 g (100 phr) de acetato vinilo de etileno (EVA) Escorene™ Ultra UL00119 de ExxonMobil durante aproximadamente 20 minutos en un molino de dos rodillos W150M de la compañía Collin con 595.4 g (150 phr) del grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1 en una manera familiar habitual para una persona experta en la técnica, junto con 4.8 g (1.2 phr) de aminosilano AMEO de Degussa AG y 2.9 g (0.75 phr) del antioxidante Ethanox® 310 de Albemarle Corporation. El aminosilano asegura un mejor acoplamiento de la carga a la matriz polimérica. Se estableció la temperatura de los dos rodillos en 130 °C. Se retiró el compuesto preparado del molino, y después de enfriar a temperatura ambiente, se redujo aún más en tamaño para obtener granulados adecuados para moldeo por compresión en una prensa de dos placas o para alimentación de una extrusora de laboratorio para obtener tiras extruidas para evaluación adicional. Con el fin de determinar las propiedades mecánicas de la formulación de resina con retardo de llama, se extruyeron los gránulos en cintas de espesor de 2 mm que usan un sistema PolyLab Haake con una extrusora Haake Rheomexlos. De la cinta, se obtuvieron las barras de ensayo de acuerdo con DIN 53504. Los resultados de este experimento se encuentran en la Tabla 4, abajo.

Ejemplo 8 - comparativo

Se mezclaron 396,9 g (100 phr) de acetato vinilo de etileno (EVA) Escorene™ Ultra UL00119 de ExxonMobil durante aproximadamente 20 minutos en un molino de dos rodillos W150M de la compañía Collin con 595.4 g (150 phr) del grado de ATH comercialmente disponible OL-104 LE producido por Martinswerk GmbH en una manera familiar habitual para una persona experta en la técnica, junto con 4.8 g (1.2 phr) de aminosilano AMEO de Degussa AG y 2.9 g (= 0.75 phr) del antioxidante Ethanox® 310 de Albemarle Corporation. El aminosilano asegura un mejor acoplamiento de la carga a la matriz polimérica. Se estableció la temperatura de los dos rodillos en 130°C. Se retiró el compuesto preparado del molino, y después de enfriar a temperatura ambiente, se redujo aún más en tamaño para obtener granulados adecuados para moldeo por compresión en una prensa de dos placas o para alimentación de una extrusora de laboratorio para obtener tiras extruidas para evaluación adicional. Con el fin de determinar las propiedades mecánicas de la formulación de resina con retardo de llama, se extruyeron los gránulos en cintas de espesor de 2 mm que usan un sistema PolyLab Haake con una extrusora Haake Rheomexlos. De la cinta, se obtuvieron las barras de ensayo de acuerdo con DIN 53504. Los resultados de este experimento se encuentran en la Tabla 4, abajo.

Tabla 4		
	Comparativo con OL-104 LE	Llenador no. 1 de la invención
Índice de fluidez @ 150°C/21.6 kg (g/10min)	1.8	1.5
Resistencia a la tensión (MPa)	12.9	13.4
Elongación en rotura (%)	221	214
LOI (% O ₂)	36.2	38
Resistividad antes del envejecimiento del agua(Ohm·cm)	31×10^{12}	1.7×10^{12}
Resistividad después de envejecimiento de agua de 7d@70°C (Ohm·cm)	8.1×10^{11}	8.4×10^{11}
Agua recogida (%)	1.25	1.67

Como se puede ver en la Tabla 4, dentro del error experimental, el grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1 tiene propiedades similares mecánicas, teológicas, eléctricas y de retardo de llama como el grado comparativo Martinal OL-104 LE.

Ejemplo 9

Se mezclaron 396,9 g (100 phr) de acetato vinilo de etileno (EVA) Escorene™ Ultra UL00119 de ExxonMobil durante aproximadamente 20 minutos en un molino de dos rodillos W150M de la compañía Collin con 595.4 g (150 phr) del llenador de la invención no. 2 en una manera familiar habitual para una persona experta en la técnica, junto con 4.8 g (1.2 phr) de aminosilano AMEO de Degussa AG y 2.9 g (0.75 phr) del antioxidante Ethanox® 310 de Albemarle Corporation. El aminosilano asegura un mejor acoplamiento de la carga a la matriz polimérica. Se

estableció la temperatura de los dos rodillos en 130°C. Se retiró el compuesto preparado del molino, y después de enfriar a temperatura ambiente, se redujo aún más en tamaño para obtener granulados adecuados para moldeo por compresión en una prensa de dos placas o para la alimentación de una extrusora de laboratorio para obtener tiras extruidas para evaluación adicional. Con el fin de determinar las propiedades mecánicas de la formulación de resina con retardo de llama, se extruyeron los gránulos en cintas de espesor de 2 mm que usan un sistema PolyLab Haake con una extrusora Haake Rheomexlos. De la cinta, se obtuvieron las barras de ensayo de acuerdo con DIN 53504. Los resultados de este experimento se encuentran en la Tabla 5, abajo.

Ejemplo 10 - Comparativo

Se mezclaron 396,9 g (100 phr) de acetato vinilo de etileno (EVA) Escorene Ultra UL00119 de ExxonMobil durante aproximadamente 20 minutos en un molino de dos rodillos W150M de la compañía Collin con 595.4 g (150 phr) del grado de ATH comercialmente disponible OL-107 LE producido por Martinswerk GmbH en una manera familiar habitual para una persona experta en la técnica, junto con 4.8 g (1.2 phr) de aminosilano AMEO de Degussa AG y 2.9 g (= 0.75 phr) del antioxidante Ethanox® 310 de Albemarle Corporation. El aminosilano asegura un mejor acoplamiento de la carga a la matriz polimérica. Se estableció la temperatura de los dos rodillos en 130°C. Se retiró el compuesto preparado del molino, y después de enfriar a temperatura ambiente, se redujo aún más en tamaño para obtener granulados adecuados para moldeo por compresión en una prensa de dos placas o para alimentación de una extrusora de laboratorio para obtener tiras extruidas para evaluación adicional. Con el fin de determinar las propiedades mecánicas de la formulación de resina con retardo de llama, se extruyeron los gránulos en cintas de espesor de 2 mm que usan un sistema PolyLab Haake con una extrusora Haake Rheomexlos. De la cinta, se obtuvieron las barras de ensayo de acuerdo con DIN 53504. Los resultados de este experimento se encuentran en la Tabla 5, abajo.

Tabla 5		
	Comparativo con OL-107 LE	Llenador no. 2 de la invención
Índice de fluidez @ 150°C/21.6 kg (g/10min)	1.1	1.25
Resistencia a la tensión (MPa)	13.9	13.6
Elongación en rotura (%)	204	203
LOI (% O ₂)	38.7	38.2
Resistividad antes del envejecimiento del agua(Ohm·cm)	2.6×10^{12}	1.5×10^{12}
Resistividad después de envejecimiento de agua de 7d@70°C (Ohm·cm)	6.3×10^{11}	7.9×10^{11}
Agua recogida (%)	2.78	1.67

Como se puede ver en la Tabla 5, dentro del error experimental, el grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 2 tiene propiedades similares mecánicas, reológicas, eléctricas y de retardo de llama como el grado comparativo Martinal® OL-107 LE.

Ejemplo 11 (no de acuerdo con la invención no entiendo)

Se mezclaron 396,9 g (100 phr) de acetato vinilo de etileno (EVA) Escorene™ Ultra UL00119 de ExxonMobil durante aproximadamente 20 minutos en un molino de dos rodillos W150M de la compañía Collin con 595.4 g (150 phr) del filete no. 3 en una manera familiar habitual para una persona experta en la técnica, together1 with 4.8 g (1.2 phr) de aminosilano AMEO de Degussa AG y 2.9 g (0.75 phr) del antioxidante Ethanox® 310 de Albemarle Corporation. El aminosilano asegura un mejor acoplamiento de la carga a la matriz polimérica. Se estableció la temperatura de los dos rodillos en 130°C. Se retiró el compuesto preparado del molino, y después de enfriar a temperatura ambiente, se redujo aún más en tamaño para obtener granulados adecuados para moldeo por compresión en una prensa de dos placas o para alimentación de una extrusora de laboratorio para obtener tiras extruidas para evaluación adicional. Con el fin de determinar las propiedades mecánicas de la formulación de resina con retardo de llama, se extruyeron los gránulos en cintas de espesor de 2 mm que usan un sistema PolyLab Haake con una extrusora Haake Rheomexlos. De la cinta, se obtuvieron las barras de ensayo de acuerdo con DIN 53504. Los resultados de este experimento se encuentran en la Tabla 6, abajo.

Ejemplo 12 - Comparativo

Se mezclaron 396,9 g (100 phr) de acetato vinilo de etileno (EVA) Escorene™ Ultra UL00119 de ExxonMobil durante aproximadamente 20 minutos en un molino de dos rodillos W150M de la compañía Collin con 595.4 g (150 phr) del ATH grade OL-111 LE comercialmente disponible producido por Martinswerk GmbH en una manera familiar habitual para una persona experta en la técnica, junto con 4.8 g (1.2 phr) de aminosilano AMEO de Degussa AG y 2.9 g (0.75 phr) del antioxidante Ethanox® 310 de Albemarle Corporation. El aminosilano asegura un mejor acoplamiento de la carga a la matriz polimérica. Se estableció la temperatura de los dos rodillos en 130°C. Se retiró el compuesto preparado del molino, y después de enfriar a temperatura ambiente, se redujo aún más en tamaño para obtener granulados adecuados para moldeo por compresión en una prensa de dos placas o para alimentación de una extrusora de laboratorio para obtener tiras extruidas para evaluación adicional. Con el fin de determinar las propiedades mecánicas de la formulación de resina con retardo de llama, se extruyeron los gránulos en cintas de espesor de 2 mm que usan un sistema PolyLab Haake con una extrusora Haake Rheomexlos. De la cinta, se obtuvieron las barras de ensayo de acuerdo con DIN 53504. Los resultados de este experimento se encuentran en la Tabla 6, abajo.

Tabla 6		
	Comparativo con OL-111 LE	Llenador no. 3
Índice de fluidez @ 150°C/21.6 kg (g/10min)	113	1.22
Índice de fluidez @ 150°C/21.6 kg (g/10min)	15.7	15.2
Elongación en rotura (%)	183	185
LOI (% O ₂)	38.6	39.6

Como se puede ver en la Tabla 6, dentro del error experimental, el grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 3 tiene propiedades similares mecánicas y teológicas como el grado comparativo Martinal® OL-111 LE.

Se debe notar que se midió el Índice de Fluidez de acuerdo con DIN 53735. Se midió la resistencia a la tensión y elongación en rotura de acuerdo con DIN 53504, y se midió la resistividad antes y después del envejecimiento del agua de acuerdo con DIN 53482 en placas prensadas de 100x100x2 mm³. El agua recogida en % es la diferencia en peso después del envejecimiento del agua de una placa prensada de 100x100x2 mm³ en un baño de agua desalinizada después de 7 días en 70 °C en relación al peso inicial de la placa. Se midió el índice de oxígeno de acuerdo con ISO 4589 en muestras de 6 x 3 x 150 mm³.

Ejemplo 13

Se usaron de manera separada las partículas de hidróxido de aluminio comparativo Martinal® OL-104 LE del Ejemplo 2 y el grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1 del Ejemplo 1 para formar una formulación de resina con retardo de llama. La resina sintética usada por una mezcla de EVA Escorene® Ultra UL00328 de ExxonMobil junto con un grado de LLDPE Escorene® LL1001XV de ExxonMobil, antioxidante disponible comercialmente Ethanox® 310 de la Albemarle® Corporation, y un aminosilano Dynasylan AMEO de Degussa. Se mezclan los componentes en una amasadora Buss Ko de 46 mm (proporción L/D = 11) a un rendimiento de 25 kg/h con ajustes de temperatura y velocidad de tornillo elegidas en una manera familiar habitual para una persona experta en la técnica. Se detalla la cantidad de cada componente usado en la formulación de la formulación de resina con retardo de llama en la Tabla 7, abajo.

Tabla 7	
	Phr (partes por cientos de resina total)
Escorene Ultra UL00328	80
Escorene LL1001XV	20
Hidróxido de aluminio	150

Tabla 7	
	Phr (partes por cientos de resina total)
Silano AMEO	1.6
Ethanox 310	0.6

En la formación de la formulación de resina con retardo de llama, se mezclaron primero el silano AMEO y Ethanox® 310 con la cantidad total de resina sintética en un tambor antes de la composición de Buss. Por medios de pérdida en alimentadores de peso, se alimentó la mezcla de resina/silano/antioxidante en la primera entrada de la amasadora Buss, junto con 50 % de la cantidad total de hidróxido de aluminio, y se alimentó el restante 50% del hidróxido de aluminio en el segundo puerto de alimentación de la amasadora Buss. Se brido la extrusora de descarga perpendicular a la amasadora Buss Ko y tenía un tamaño de tornillo de 70 mm. La Figura 10 muestra el consumo de energía en el motor de la extrusora de descarga para el grado de hidróxido de aluminio de la invención no. 1. La Figura 11 muestra el consumo de energía en el motor de la extrusora de descarga para el grado de hidróxido de aluminio comparativo OL-104 LE, producido por Martinswerk GmbH.

Como se muestra en las Figuras 10 y 11, se reducen significativamente las alteraciones en el consumo de energía (potencia) de la extrusora de descarga, cuando se usan las partículas de hidróxido de aluminio de acuerdo con la presente invención en la formulación de resina con retardo de llama. Como se estableció anteriormente, variaciones más pequeñas en el nivel de energía permiten rendimientos más altos y/o una formulación de resina con retardo de llama más uniforme (homogéneo).

REIVINDICACIONES

1. Las partículas de hidróxido de aluminio ("ATH") que tienen un radio de poro mediano (" r_{50} ") en el rango de 0.09 hasta 0.33 μm , un BET, como fue determinado por DIN-66132, en el rango de 1 hasta 15 m^2/g , y un volumen de poro específico (" V_{max} ") en el rango de 300 hasta 480 mm^3/g .
- 5 2. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 1 en las que el V_{max} de dichas partículas de ATH está en el rango de 390 hasta 480 mm^3/g .
3. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 2 en las que el r_{50} de dichas partículas de ATH está en el rango de 0.20 hasta 0.33 μm .
- 10 4. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 1 en las que el V_{max} de dichas partículas de ATH está en el rango de 400 hasta 480 mm^3/g .
5. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 4 en las que el r_{50} de dichas partículas de ATH está en el rango de 0.185 hasta 0.325 μm .
6. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 1 en las que el V_{max} de dichas partículas de ATH está en el rango de 450 hasta 480 mm^3/g , y el r_{50} está en el rango de 0.185 hasta 0.25 μm .
- 15 7. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 1 en las que el r_{50} de dichas partículas de ATH está en el rango de 0.09 hasta 0.21 μm .
8. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 1 en las que el V_{max} de dichas partículas de ATH está en el rango de 350 hasta 480 mm^3/g .
- 20 9. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 8 en las que el r_{50} de dichas partículas de ATH está en el rango de 0.09 hasta 0.165 μm .
10. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 11 en las que la absorción de aceite, como se determinó por ISO 787-5:1980, está en el rango de 1 hasta 35%.
11. Las partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 1 en las que el d_{50} está en el rango de 0.5 hasta 2.5 μm .
- 25 12. Una formulación de polímero con retardo de llama que comprende al menos una resina sintética y en el rango de 5 % en peso hasta 90 % en peso de partículas de ATH de acuerdo con la reivindicación 1.
13. La formulación de polímero con retardo de llama de acuerdo con la reivindicación 12 en la que dicha resina sintética es seleccionada de resinas termoplásticas, resinas termoendurecibles, suspensiones poliméricas (látices) y resinas basadas en polietileno.
- 30 14. La formulación de polímero con retardo de llama de acuerdo con la reivindicación 13 en la que dicha resina sintética es una resina basada en polietileno.
15. La formulación de polímero con retardo de llama de acuerdo con la reivindicación 13 en la que dichas partículas de ATH tienen un d_{50} en el rango de 0.5 hasta 2.5 μm .
- 35 16. La formulación de polímero con retardo de llama de acuerdo con la reivindicación 13 en la que r_{50} está en el rango de 0.2 hasta 0.3 μm , V_{max} está en el rango de 410 hasta 450 mm^3/g , el área superficial específica BET está en el rango de 3.5 hasta 5.5 m^2/g , la absorción de aceite está en el rango de 23% hasta 30%, y d_{50} está en el rango de 1.3 hasta 2.5 μm .
17. La formulación de polímero con retardo de llama de acuerdo con la reivindicación 15 en la que la absorción de aceite de dichas partículas de ATH está en el rango de 1 hasta 35%.
- 40 18. La formulación de polímero con retardo de llama de acuerdo con una cualquiera la reivindicaciones 12 o 16-17 en la que dicha formulación de polímero con retardo de llama contiene al menos un aditivo adicional seleccionado de coadyuvantes de extrusión; agentes de acoplamiento; colorantes; pigmentos; llenadores; agentes de soplado; desodorantes; estabilizadores térmicos; antioxidantes; agentes antiestáticos; agentes de refuerzo; eliminadores de metal o desactivadores; modificadores de impacto; coadyuvantes de procesamiento; coadyuvantes de liberación de molde, lubricantes; agentes antibloqueo; otros retardantes de llama; estabilizadores de UV; plastificantes; y
- 45 coadyuvantes de flujo.
19. Un artículo moldeado o extruido formado a partir de la formulación de polímero con retardo de llama de la reivindicación 18.

Figura 1

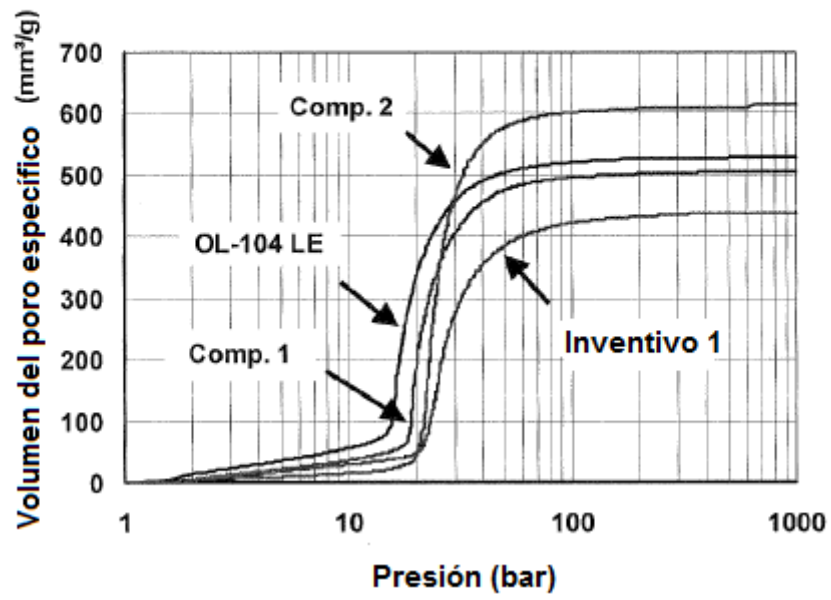


Figura 2

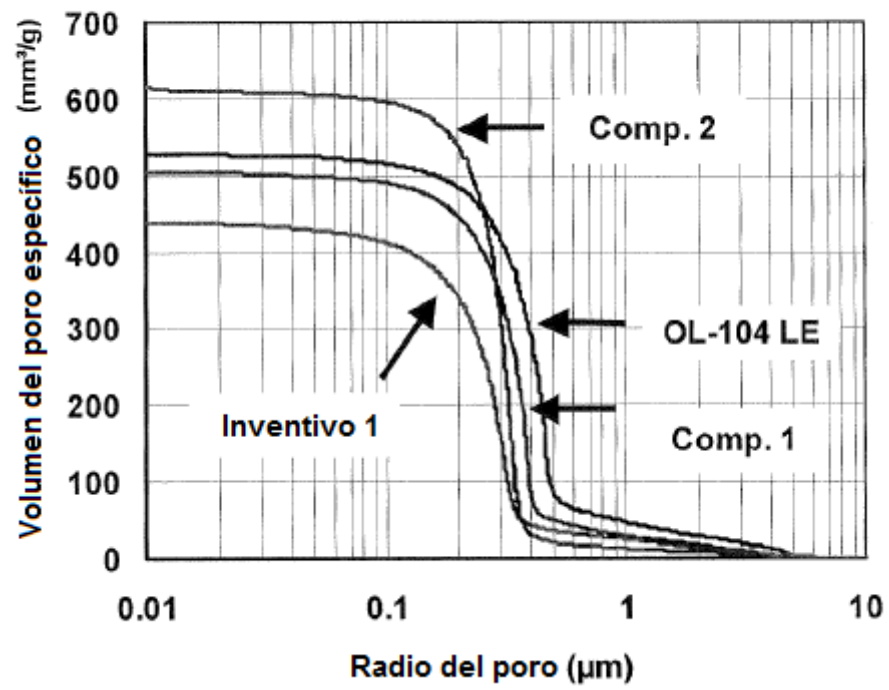


Figura 3

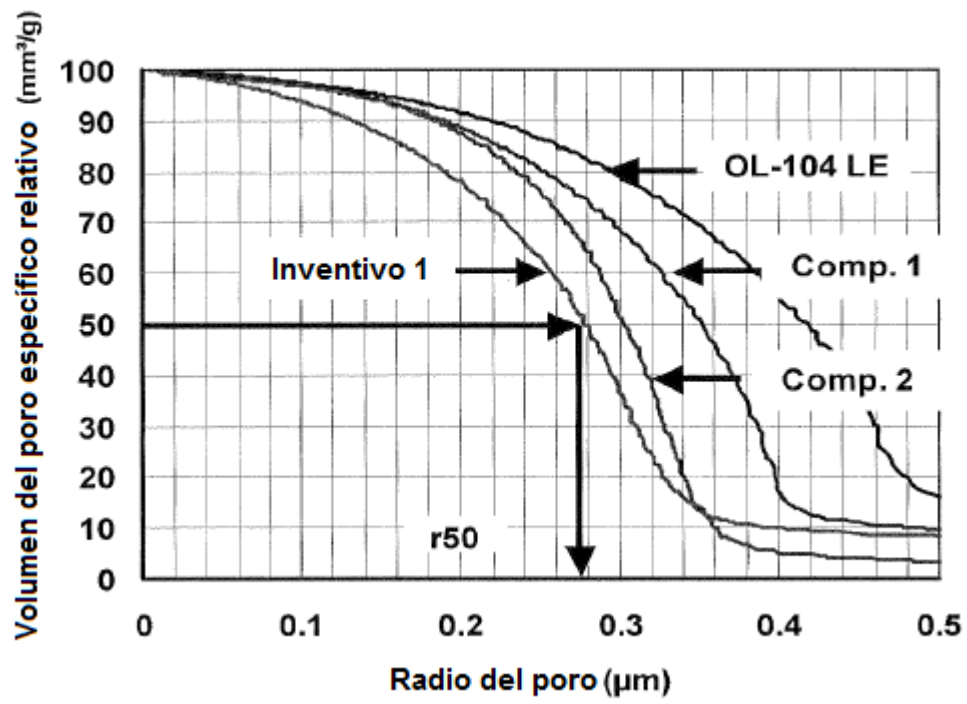


Figura 4

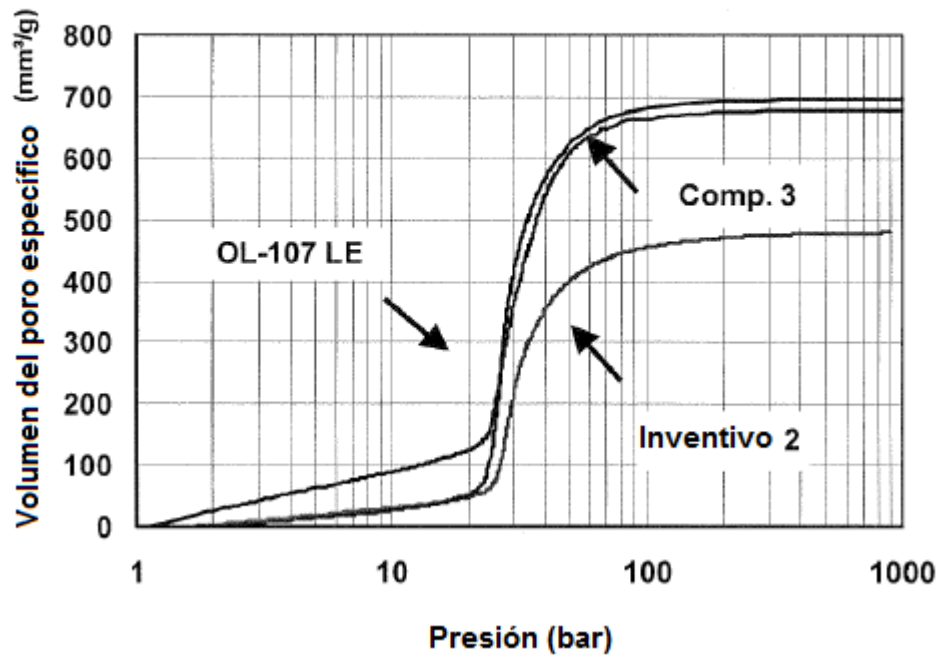


Figura 5

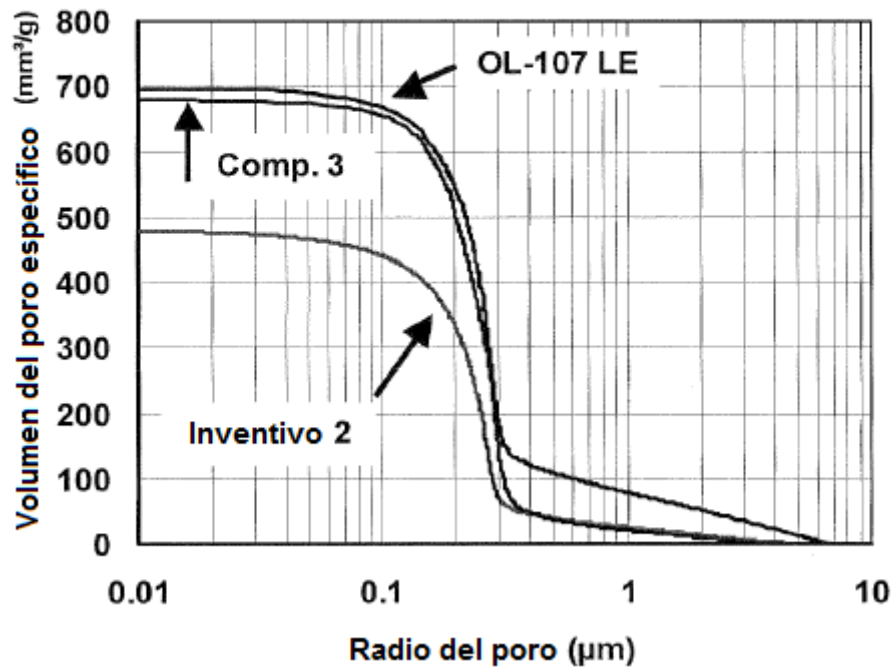


Figura 6

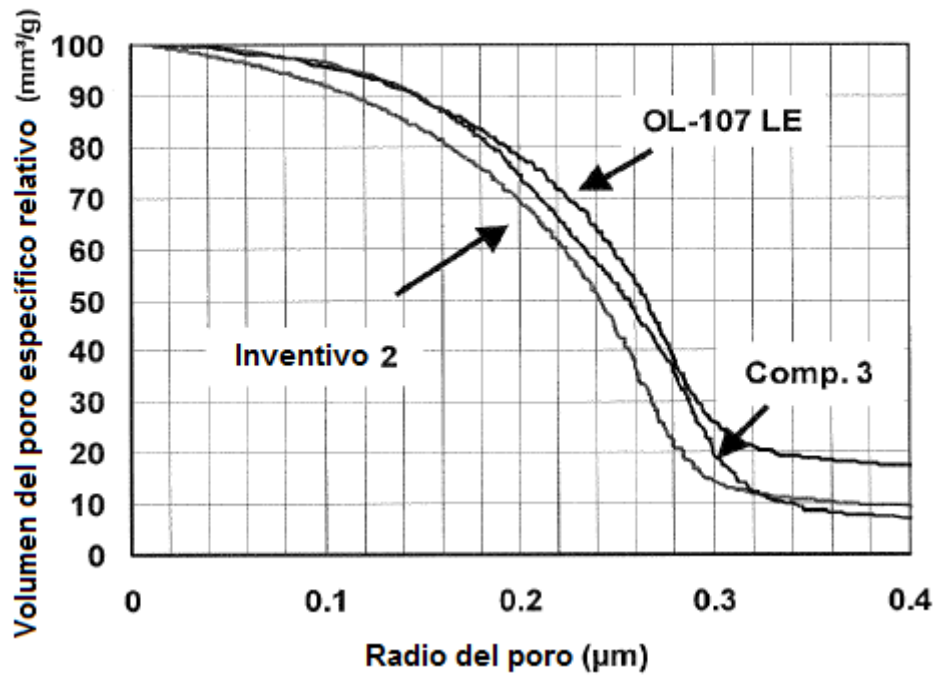


Figura 7

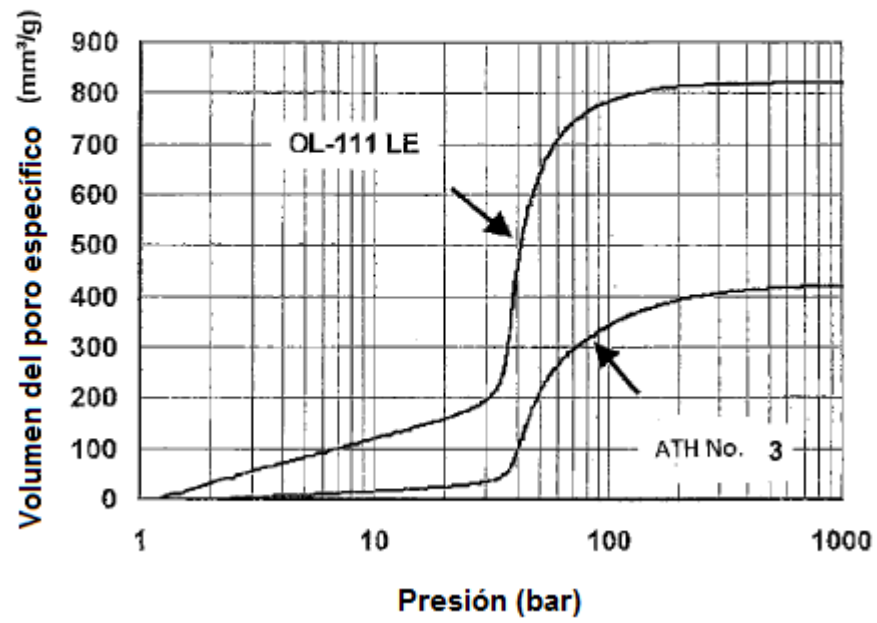


Figura 8

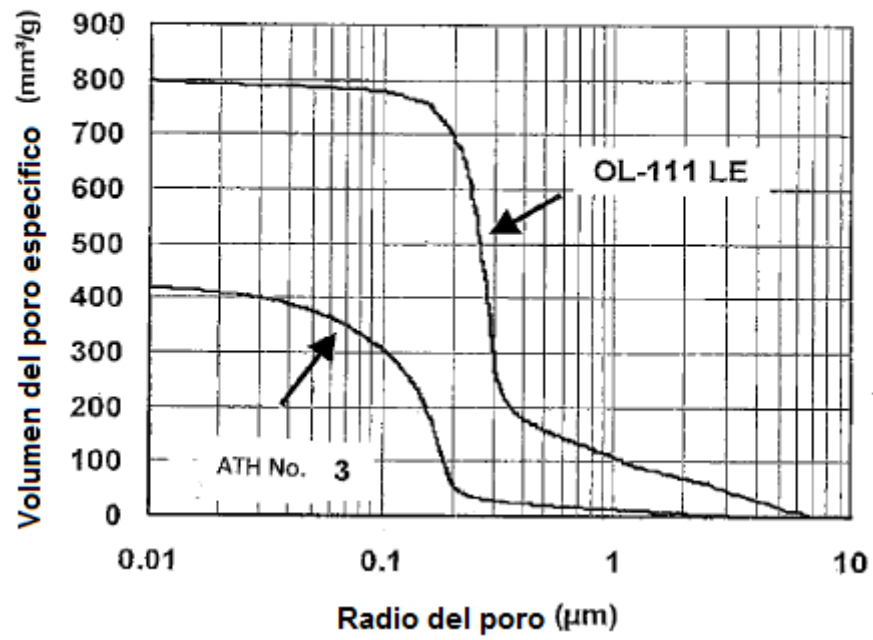


Figura 9

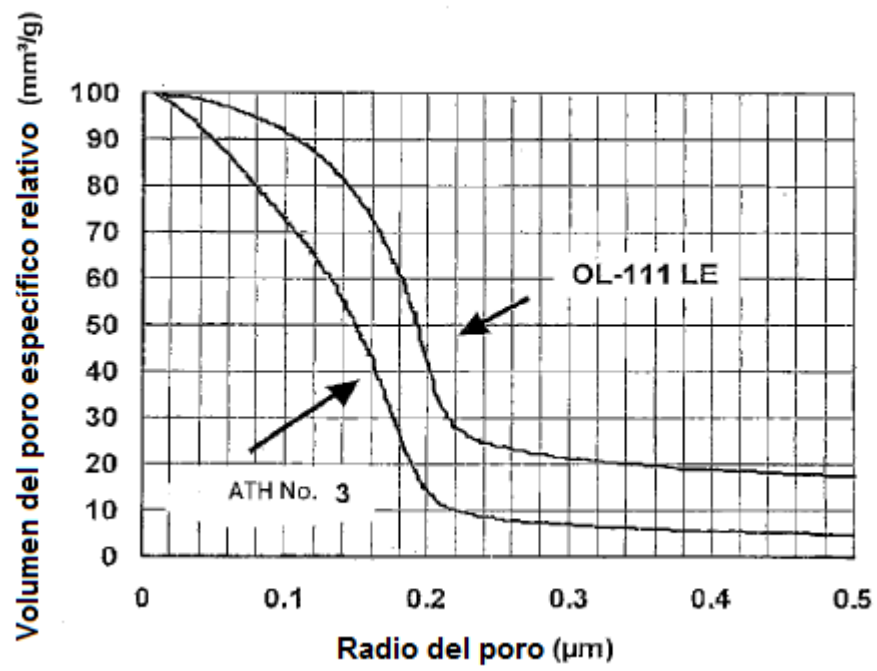


Figura 10

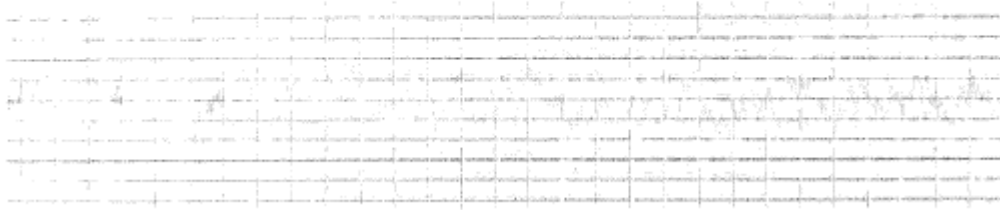


Figura 11

