

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 604 318**

51 Int. Cl.:

C08L 27/06 (2006.01)

C08K 9/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.08.2009 PCT/JP2009/063800**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.03.2010 WO10032564**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.08.2009 E 09814409 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.10.2016 EP 2336236**

54 Título: **Composición de resina que contiene cloro con supresión del defecto de formación de espuma**

30 Prioridad:

19.09.2008 JP 2008241161

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

06.03.2017

73 Titular/es:

**SAKAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. (100.0%)
5-2, Ebisujima-cho, Sakai-ku
Sakai-shi, Osaka 590-8502, JP**

72 Inventor/es:

**TSUDA KOICHI y
OIDEMIZU MAKOTO**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 604 318 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

Composición de resina que contiene cloro con supresión del defecto de formación de espuma

5 **Campo técnico**

La presente invención se relaciona con una composición de resina que contiene cloro y que suprime la formación de espuma que contiene un hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, una capa depositada particular. En particular, la presente invención proporciona una composición de resina que contiene cloro que
10 contiene, como agente supresor de la formación de espuma, un hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, una capa depositada que contiene sílice. Aunque se producen típicamente defectos externos, tales como manchas de plata, que están causadas por la formación de espuma, en el moldeo de composiciones de resinas no tóxicas para el moldeo de inyección, la capa depositada sobre el hidróxido de metal alcalinotérreo de la presente invención contribuye a suprimir o reducir notablemente dichos defectos externos.

15 **Antecedentes de la invención**

Es sabido que, en condiciones de temperaturas superiores, las resinas que contienen cloro pueden causar descomposición con generación de cloruro de hidrógeno. El moldeo de resinas que contienen cloro es normalmente
20 llevado a cabo con calentamiento y, por lo tanto, se usan estabilizadores con las resinas que contienen cloro para suprimir la descomposición durante el calentamiento.

Convencionalmente, se han usado ampliamente estabilizadores que contienen metales nocivos, tales como compuestos de plomo, como dichos estabilizadores. Sin embargo, tomando en consideración los recientes
25 problemas medioambientales o cuestiones similares, cada vez se usan más estabilizadores no tóxicos alternativos libres de metales nocivos, tales como el plomo.

Uno típico de dichos estabilizadores no tóxicos es una mezcla que contiene, como ingredientes principales, polioles, sales de zinc de un ácido orgánico, hidróxidos de metales alcalinotérreos, etc. Se usan los polioles y las sales de zinc de ácidos orgánicos para prevenir la decoloración de una composición de resina que contiene cloro. Se usan
30 hidróxidos de metales alcalinotérreos, tales como hidróxido de magnesio o hidróxido de calcio, como agentes estabilizadores durante la cizalladura dinámica.

Desafortunadamente, la mayoría de los estabilizadores no tóxicos son más pobres en cuanto a resistencia al calor que los estabilizadores convencionales de plomo y, al calentar en el moldeo de las composiciones de resina, se producen con frecuencia defectos externos problemáticos causados por dicha resistencia pobre al calor, los cuales se denominan "destello(s)" o "mancha(s) de plata". Por lo tanto, los estabilizadores no tóxicos convencionales resultan inadecuados para uso práctico como estabilizadores para dichas composiciones de resina y, por lo tanto,
35 existe una demanda de estabilizadores no tóxicos que puedan suprimir los defectos externos.

Por ejemplo, US 2004/147.660 A desvela, como ejemplo de las aplicaciones del hidróxido de metal alcalinotérreo, partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo que tienen, sobre su superficie, una capa de silicato de metal alcalinotérreo. Sin embargo, una composición de resina que contiene cloro que contenga dichas partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo aún causa defectos externos en los artículos moldeados por inyección.
40

El Documento de patente 2 desvela hidróxido de magnesio revestido de sílice, el cual es útil como piroretardante. No se encuentra, sin embargo, ninguna enseñanza en JPH 01.320.219 A acerca de la adición de dicho hidróxido de magnesio a una composición de resina que contiene cloro. No queda seguro por las enseñanzas de JPH 01.320.219 A si dicho hidróxido de magnesio es adecuado o no como estabilizador para composiciones de resina que contienen cloro. En particular, JPH 01.320.219 A enseña una gran resistencia a los ácidos del hidróxido de magnesio revestido de sílice, y realmente demostró en los Ejemplos que el hidróxido de magnesio revestido de sílice no generaba ningún gas en una reacción con cloruro de hidrógeno. Las enseñanzas de JPH 01.320.219 A sugieren inadecuación del hidróxido de magnesio revestido de sílice como estabilizador para una resina que contenga cloro. Las enseñanzas de JPH 01.320.219 A arrojan dudas sobre el efecto como estabilizador, tal como la supresión, durante
50 el moldeo, de la generación de cloruro de hidrógeno y de la descomposición de la resina que contiene cloro.

55 **Resumen de la invención**

60 **-Problemas que la invención ha de resolver**

En general, se ha supuesto que la deshidrocloración debida a una pobre resistencia al calor es una causa de defectos externos tales como destellos y manchas de plata. Los presentes inventores han realizado un estudio intensivo para identificar la causa de los destellos y las manchas de plata, que se producen cuando se usa un estabilizador no tóxico para el moldeo de inyección. Como resultado, identificaron que el agua es una de las causas de los destellos y las manchas de plata. En el moldeo de inyección de una composición que contiene una resina que contiene cloro y un estabilizador no tóxico, se produce una rápida liberación de calor por la reacción entre éstos, y se
65

genera una sustancia ácida, tal como cloruro de hidrógeno, a partir de la resina que contiene cloro. La sustancia ácida reacciona entonces con el hidróxido de metal alcalinotérreo del estabilizador no tóxico, para generar agua, la cual puede ser una causa de destellos y manchas de plata. La reacción viene representada por la siguiente fórmula (1):

5



M: Un metal alcalinotérreo (o un ion de metal alcalinotérreo)

10 Esta reacción puede ser la razón por la cual las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo del Documento de patente 1 que tienen, sobre su superficie, un revestimiento de silicato de metal alcalinotérreo no son efectivas para suprimir la formación de espuma de la composición de resina que contiene cloro. En otras palabras, un silicato de metal alcalinotérreo reacciona fácilmente con una sustancia ácida, como se ha de reconocer por el hecho de que los silicatos de magnesio han sido usados como antácidos para el estómago. Como resultado, en una composición de resina que contenga dicho silicato de un metal alcalinotérreo, se genera agua como se ha mencionado anteriormente. Por dichas razones, se considera que el revestimiento de la superficie de los hidróxidos de metales alcalinotérreos con silicatos de metales alcalinotérreos resulta insuficiente para suprimir la formación de espuma de la composición de resina.

20 Por el contrario, si se retira el hidróxido de metal alcalinotérreo de un estabilizador no tóxico para moldeo de inyección con objeto de evitar los destellos o las manchas de plata que pueden estar causados por dicho hidróxido de metal alcalinotérreo, algunas propiedades físicas, en particular la resistencia al calor, tal como la resistencia dinámica al calor y la resistencia estática al calor, resultan no ser suficientes para un uso práctico, aunque disminuyan defectos externos tales como los destellos. Dado que una insuficiente resistencia al calor de una composición de resina puede dar lugar a descomposición de la resina, no se podrían conseguir propiedades deseadas para tolerar la producción continua sin ningún hidróxido de metal alcalinotérreo.

Si se añaden hidróxidos u óxidos de metales alcalinos, u óxidos de metales alcalinotérreos, en lugar de los hidróxidos de metales alcalinotérreos, se aceleraría la degradación de las resinas debido a la fuerte alcalinidad de los hidróxidos de metales alcalinos y de los óxidos de metales alcalinos. Además, muchos de esos compuestos son hidrosolubles y, por lo tanto, no resultan adecuados para un estabilizador para una composición de resina que contenga cloro. Los óxidos de metales alcalinotérreos causan deshidratación en una reacción con sustancias ácidas y, por lo tanto, la formación de espuma, que da lugar a la aparición de destellos, no resulta suprimida por completo.

35 Por lo tanto, es muy difícil suprimir o reducir los destellos o las manchas de plata en el moldeo de inyección de una composición de resina que contiene cloro si la composición contiene hidróxido de magnesio o hidróxido de calcio, o un hidróxido de metal alcalinotérreo con revestimiento de silicato de metal alcalinotérreo. En tales circunstancias, es difícil producir una composición de resina que contenga cloro que proporcione un producto moldeado por inyección que tenga tanto propiedades físicas suficientes como defectos externos suprimidos.

Al igual que en JPH 01.320.219 A, ya se conocen hidróxidos de metales alcalinotérreos con superficie a prueba de ácidos (superficie revestida de sílice). Sin embargo, JPH 01.320.219 A enseña únicamente la disponibilidad de los hidróxidos de metales alcalinotérreos como pirorretardantes. Nunca se mencionó el efecto supresor de la formación de espuma por parte de los hidróxidos de metales alcalinotérreos sobre el moldeo, en particular sobre el moldeo de inyección, en JPH 01.320.219 A. Como realmente se demuestra en los Ejemplos de JPH 01.320.219 A, el conocimiento técnico convencional sugiere que los hidróxidos de metales alcalinotérreos con superficie a prueba de ácidos (superficie revestida de sílice) no tienen reactividad, o que no tienen substancialmente reactividad, con los haluros de hidrógeno.

50 En estas circunstancias, los presentes inventores han visto algunos efectos desconocidos, como que las partículas de hidróxidos de metales alcalinotérreos con una superficie a prueba de ácidos específica pueden suprimir la formación de espuma (tal como manchas de plata o destellos) sin deteriorar la resistencia dinámica al calor, que es una característica esencial para el procesamiento de las resinas que contienen cloro. En base a este efecto, los presentes inventores han descubierto también la disponibilidad de dichas partículas de hidróxidos de metales alcalinotérreos como agente supresor de la formación de espuma para resinas que contienen cloro. Por lo tanto, los presentes inventores han completado la presente invención.

60 - Medios para resolver el problema

Para resolver los problemas anteriores, los presentes inventores han realizado un estudio intensivo y, como resultado del mismo, han visto que un material de hidróxido de metal alcalinotérreo producido a través de un cierto tratamiento de superficie puede retardar o suprimir la reacción de una resina que contiene cloro con una sustancia ácida que se genera por degradación de la resina y la resultante generación de agua en una composición de resina que contiene cloro. La presente invención proporciona una composición de resina que contiene cloro no tóxica, específicamente una composición de resina que contiene cloro no tóxica para moldeo de inyección, que suprime o

65

reduce los destellos o las manchas de plata, manteniendo al mismo tiempo propiedades físicas prácticas certificables.

5 Es decir, la presente invención se dirige al uso de un agente supresor de la formación de espuma, según la reivindicación 1, y a una composición de resina que contiene cloro supresora de la formación de espuma para moldeo de inyección, según la reivindicación 5, que consiste en:

10 100 partes en masa de resina que contiene cloro, y
de 0,01 a 5 partes en masa de un hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, una primera capa depositada, conteniendo la primera capa depositada de un 0,1 a un 20% en masa en términos de SiO₂ de sílice en un 100% en masa de un hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido, como agente supresor de la formación de espuma.

15 En una realización preferida de la composición de resina que contiene cloro, el hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, una primera capa depositada tiene además una segunda capa depositada formada a partir de al menos un agente de tratamiento de superficie seleccionado entre el grupo consistente en ácidos grasos superiores, sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores, ésteres de alcoholes polihídricos y ácidos grasos superiores, detergentes aniónicos, ésteres fosfóricos, agentes copulantes de silano, agentes copulantes de aluminio, agentes copulantes de titanato, organosilanos, organosiloxanos y organosilazanos.

20 Según otra realización preferida, la composición de resina que contiene cloro es una composición de resina que contiene cloro para moldeo de inyección.

25 **- Efecto de la invención**

La presente invención puede proporcionar una composición de resina que contiene cloro no tóxica que reduce en gran medida los defectos externos causados por la formación de espuma, tales como manchas de plata o destellos, en un proceso de moldeo, en particular de moldeo por inyección.

30 **Modos de realización de la invención**

En la presente invención, la resina que contiene cloro no está particularmente limitada, y como ejemplos de la misma se incluyen cloruro de polivinilo, cloruro de polivinilideno, polietileno clorado, polipropileno clorado, cloruro de polivinilo posclorado y caucho clorado, así como copolímeros o terpolímeros basados en cloruro de vinilo, incluyendo copolímero de cloruro de vinilo-acetato de vinilo, copolímero de cloruro de vinilo-etileno, copolímero de cloruro de vinilo-propileno, copolímero de cloruro de vinilo-estireno, copolímero de cloruro de vinilo-isobutileno, copolímero de cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno, terpolímero de cloruro de vinilo-estireno-anhídrido del ácido maleico, terpolímero de cloruro de vinilo-estireno-acrilonitrilo, copolímero de cloruro de vinilo-butadieno, copolímero de cloruro de vinilo-isopreno, copolímero de cloruro de vinilo-propileno clorado, terpolímero de cloruro de vinilo-cloruro de vinilideno-acetato de vinilo, copolímero de cloruro de vinilo-acrilato, copolímero de cloruro de vinilo-maleato, copolímero de cloruro de vinilo-metacrilato y copolímero de cloruro de vinilo-acrilonitrilo. Entre ellos, son preferibles el cloruro de polivinilo, el cloruro de polivinilideno, el cloruro de polivinilo posclorado y los copolímeros o terpolímeros basados en cloruro de vinilo, y es particularmente preferible el cloruro de polivinilo.

45 Como ejemplos de la resina que contiene cloro, se incluyen además mezclas de una resina que contiene cloro con otros polímeros, copolímeros o terpolímeros. Dichos polímeros, copolímeros o terpolímeros que se han de mezclar con la resina que contiene cloro incluyen polímeros de α -olefinas, tales como polietileno, polipropileno, polibuteno y poli-3-metilbuteno; copolímeros de α -olefinas, tales como copolímeros de etileno-acetato de vinilo y copolímero de etileno-propileno; copolímeros o terpolímeros de poliestireno, resina acrílica o estireno con otros comonomeros, incluyendo anhídrido del ácido maleico, butadieno y acrilonitrilo; terpolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno, terpolímero de metacrilato-butadieno-estireno, y similares. Si es necesario, también se pueden añadir resinas de refuerzo o ayudas de procesado (resina de metacrilato de polimetilo, polietileno clorado, etc.) a la resina que contiene cloro.

55 El método para producir la resina que contiene cloro no está particularmente limitado, y se puede emplear un método conocido que incluya la etapa de, por ejemplo, polimerización en suspensión, polimerización en masa, polimerización en emulsión y similares.

60 Aunque no está particularmente limitada, la resina que contiene cloro es preferiblemente una resina que contiene cloro adecuada para moldeo de inyección, ya que el efecto supresor de defectos externos de la composición de la presente invención se ejerce más notablemente en el moldeo de inyección.

La composición de resina que contiene cloro de la presente invención contiene un hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, una primera capa depositada.

65 Como pirorretardantes, se ha propuesto hasta la fecha la disponibilidad de hidróxidos de metales alcalinotérreos

(véase JP 2003/253.266 A). Se ha considerado que dichos hidróxidos de metales alcalinotérreos con superficie a prueba de ácidos (superficie revestida de sílice) no tienen reactividad, o no tienen substancialmente reactividad, con los haluros de hidrógeno (véase JPH 01.320.219 A). En JP 2003/253.266 A, se usó una partícula de hidróxido de magnesio obtenida por un tratamiento de superficie específico como pirorretardante para una resina pirorretardante con objeto de mejorar la resistencia a los ácidos de una composición de resina pirorretardante. No se encontró ninguna enseñanza en cuanto al efecto supresor de la formación de espuma en el proceso de moldeo, en particular en el moldeo de inyección, en JP 2003/253.266 A.

Por el contrario, los presentes inventores han encontrado algunos efectos desconocidos, como que las partículas de hidróxidos de metales alcalinotérreos con una superficie a prueba de ácidos específica pueden suprimir la formación de espuma (tal como manchas de plata o destellos) sin deteriorar la resistencia dinámica al calor, que es una característica esencial requerida para procesar resinas que contienen cloro. En base a este efecto, los presentes inventores han descubierto también la disponibilidad de dichas partículas de hidróxidos de metales alcalinotérreos como agente supresor de la formación de espuma para resinas que contienen cloro. Por lo tanto, los presentes inventores han completado la presente invención.

Cuando se usa hidróxido de magnesio como pirorretardante para una resina, se pueden usar, en general, de 10 a 500 partes en masa de pirorretardante con respecto a 100 partes en masa de resina (por ejemplo, véanse las Reivindicaciones de JP 2001/312.925 A. De hecho, se usaron 150 partes en masa de pirorretardante con respecto a 100 partes en masa de resina en un ejemplo de trabajo de JP 2001/312.925 A. Por el contrario, la composición de la presente invención incluye de 0,01 a 5 partes en masa (preferiblemente de 0,1 a 5 partes en masa, más preferiblemente de 0,1 a 3 partes en masa, en particular preferiblemente de 0,1 a 1 parte en masa) del hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene la primera capa depositada sobre la superficie con respecto a 100 partes en masa de resina que contiene cloro. Por lo tanto, con fines pirorretardantes, se requiere generalmente una gran cantidad de un hidróxido de metal alcalinotérreo, mientras que la composición de la presente invención requiere sólo una pequeña cantidad del hidróxido de metal alcalinotérreo en relación a la cantidad de resina para ejercer un efecto suficiente de supresión de la formación de espuma. Así, el hidróxido de metal alcalinotérreo, que sirve como agente supresor de la formación de espuma en la presente invención, se distingue del que tiene fines pirorretardantes, tal como hidróxido de magnesio, como se ha indicado anteriormente, en su forma de uso.

Se hace también aquí referencia a un hidróxido de metal alcalinotérreo bruto que no está revestido con la primera capa depositada como "hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido" con objeto de distinguirlo del hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene la primera capa depositada.

El término "revestir" o "revestimiento" significa aquí revestir al menos una parte o la totalidad de la superficie de un hidróxido de metal alcalinotérreo. El término "capa depositada" significa aquí una capa que reviste al menos parte o la totalidad de la superficie de un hidróxido de metal alcalinotérreo.

Como ejemplos del hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido, se incluyen hidróxidos de calcio, magnesio, bario y estroncio. Entre éstos, es preferible un hidróxido de calcio o magnesio, y es particularmente preferible el hidróxido de magnesio. El hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido no está particularmente limitado, y puede ser cualquier producto natural o producto sintético. Como ejemplos de dichos productos naturales y productos sintéticos, se incluyen polvo triturado de mena natural, polvo obtenido neutralizando una solución acuosa de sal de metal alcalinotérreo con un compuesto alcalino, polvo de partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo modificado modificadas con un agente modificador apropiado, tal como boratos, fosfatos o sales de zinc hidrosolubles. Las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo pueden consistir en una solución sólida que contenga elementos heterometálicos, tales como zinc, cobalto, cobre, níquel o hierro.

Los métodos para sintetizar el hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido no están particularmente limitados. Por ejemplo, el hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido puede ser producido por un método que incluye la etapa de una reacción de neutralización en condiciones normales de temperatura y presión. Preferiblemente, el hidróxido de metal alcalinotérreo es adecuadamente producido mediante una reacción hidrotérmica de una sal de metal alcalinotérreo y un hidróxido en condiciones de elevada temperatura y elevada presión. Concretamente, se puede producir un hidróxido de metal alcalinotérreo deseado por la reacción entre un cloruro de metal alcalinotérreo y una sustancia básica con calentamiento.

Los hidróxidos de metales alcalinotérreos pueden ser usados solos o en combinación.

La primera capa depositada es una capa que contiene de un 0,1 a un 20% en masa de sílice en relación a un 100% en masa del hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido. En la presente invención, "sílice" significa un óxido de silicio hidratado o anhidro representado por la fórmula: $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($0 \leq n \leq 2$). Así, la cantidad "... % en masa en términos de SiO_2 de sílice en un 100% en masa de un hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido" significa un porcentaje calculado mediante la ecuación: $[(\text{Masa total de compuesto de sílice}) - (\text{La masa correspondiente a la masa de las moléculas de agua en el compuesto de sílice})] / (\text{Masa total de hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido})$. La cantidad de sílice en la primera capa depositada es preferiblemente del 0,5 al 15% en masa, y más preferiblemente del 1 al 10% en masa en términos de SiO_2 en relación al hidróxido de metal alcalinotérreo no

revestido. Cuando la cantidad es inferior al 0,1% en masa, el efecto de supresión de la generación de agua en la reacción con sustancias ácidas puede resultar insuficiente. Por lo tanto, una cantidad tan baja no resulta preferida. Por el contrario, cuando la cantidad es mayor del 20% en masa, las propiedades físicas, tales como la resistencia dinámica al calor, pueden verse notablemente deterioradas, aunque la reacción del hidróxido de metal alcalinotérreo con sustancias ácidas puede resultar prácticamente suprimida. Por lo tanto, tampoco se prefiere una cantidad tan grande.

La composición de resina que contiene cloro de la presente invención contiene de 0,01 a 5 partes en masa de un hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, una primera capa depositada en relación a 100 partes en masa de la resina que contiene cloro. Cuando la cantidad del hidróxido de metal alcalinotérreo es inferior a 0,01 partes en masa en relación a 100 partes en masa de la resina que contiene cloro, el efecto de aumento de la resistencia al calor puede no ser substancialmente observado. Por el contrario, cuando la cantidad excede de 5 partes en masa, se puede producir fácilmente decoloración, incluso aunque la composición pueda tolerar un uso práctico. Además, el coste total puede verse aumentado. La cantidad es preferiblemente de 0,1 a 5 partes en masa, más preferiblemente de 0,1 a 3 partes en masa, y en particular preferiblemente de 0,1 a 1 parte en masa, en relación a 100 partes en masa de la resina que contiene cloro.

Los métodos para formar la primera capa depositada sobre la superficie del hidróxido de metal alcalinotérreo no están particularmente limitados, y la capa depositada puede formarse, por ejemplo, por revestimiento seco (reacción mecanoquímica), un método de precipitación húmedo, desecación de mezcla de sol o un método similar.

Como ejemplo de tales métodos, se puede mencionar el siguiente. Primeramente, a una temperatura de 5 a 100°C, preferiblemente de 50 a 95°C, se neutraliza un silicato hidrosoluble con un ácido en presencia de partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo, preferiblemente partículas de hidróxido de magnesio, para precipitar sílice sobre la superficie de las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo. Se forma así una capa depositada que contiene sílice sobre la superficie de las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo.

Aunque el método no está particularmente limitado, son etapas más específicas las siguientes. En primer lugar, se calienta una suspensión acuosa de una partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo y se mantiene a una temperatura de más de 60°C, más preferiblemente de 60°C a 95°C. Manteniendo la temperatura de la suspensión, se añade de un 0,1 a un 20% en masa (en términos de SiO₂, en base a la masa de la partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido) de un silicato hidrosoluble (por ejemplo, silicato de sodio) a la suspensión. Se añade a la mezcla resultante un ácido (por ejemplo, ácido sulfúrico o ácido clorhídrico) a lo largo de 40 minutos o más para neutralizar la suspensión y que tenga un pH de 6 a 10, preferiblemente de 6 a 9,5. Se forma así una capa depositada que contiene sílice sobre la superficie de la partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo.

En el método anterior, el período necesario para añadir el ácido anterior no está particularmente limitado. El período es preferiblemente de aproximadamente 3 horas teniendo en cuenta la eficacia en la producción.

Aunque el método no está limitado, se puede mencionar otro método como se explica en lo que viene a continuación. En primer lugar, se calienta una suspensión acuosa de partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo y se mantiene a una temperatura de más de 60°C, más preferiblemente de 60 a 95°C. Manteniendo la temperatura de la suspensión, se añaden simultáneamente a la suspensión de un 0,1 a un 20% en masa (en términos de SiO₂, en base a la masa de partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido) de un silicato hidrosoluble (por ejemplo, silicato de sodio) y un ácido (por ejemplo, ácido sulfúrico o ácido clorhídrico) en una cantidad de una razón substancialmente equivalente con respecto al silicato a lo largo de 40 minutos o más. A continuación, si es necesario, se añade más ácido a la mezcla resultante, para neutralizar la mezcla y que adquiera un pH de 6 a 10, preferiblemente de 6 a 9,5. Mediante este método, también se puede formar una capa depositada que contenga sílice sobre la superficie de la partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo.

En el método anterior, el silicato hidrosoluble puede ser usado preferiblemente en una cantidad del 1 al 20% en masa, más preferiblemente en una cantidad del 3 al 20% en masa.

En los métodos anteriores, suspensión acuosa significa una suspensión que contiene agua, o una mezcla de agua y un solvente orgánico hidrosoluble, como medio de suspensión. Una solución acuosa significa una solución que contiene agua, o una mezcla de agua y un solvente orgánico hidrosoluble, como solvente.

La suspensión acuosa de una partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo significa una suspensión acuosa que puede ser obtenida neutralizando una solución acuosa de una sal de metal alcalinotérreo hidrosoluble (por ejemplo, cloruro de magnesio o nitrato de magnesio) con un compuesto alcalino, tal como hidróxido de sodio o amoníaco, para precipitar un hidróxido de metal alcalinotérreo, o una suspensión acuosa que puede ser obtenida dispersando una partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo en un medio acuoso.

Como se ha mencionado anteriormente, añadiendo un silicato hidrosoluble a una suspensión acuosa de un hidróxido de metal alcalinotérreo y neutralizando después el silicato con un ácido (por ejemplo, ácido sulfúrico), o añadiendo simultáneamente un silicato hidrosoluble y un ácido a la suspensión para neutralizar el silicato, se precipita sílice

sobre la superficie de la partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo. Se puede formar así una capa depositada que contiene sílice sobre la superficie de la partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo. Sin embargo, mediante dicho método, la suspensión obtenida de la partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene una capa depositada que contiene sílice a veces muestra una escasa filtrabilidad.

5 Para aumentar la filtrabilidad, el hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene la primera capa depositada sobre la superficie es preferiblemente tratado en superficie además con al menos un (segundo) agente de tratamiento de superficie seleccionado entre el grupo consistente en ácidos grasos superiores, sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores, ésteres de alcoholes polihídricos y ácidos grasos superiores, detergentes aniónicos, ésteres fosfóricos, agentes copulantes de silano, agentes copulantes de aluminio, agentes copulantes de titanato, organosilanos, organosiloxanos y organosilazanos, para formar una segunda capa depositada sobre la superficie del hidróxido de metal alcalinotérreo.

15 En esta realización, para dar una explicación, se hace referencia a la capa depositada que contiene de un 0,1 a un 20% en masa (en términos de SiO₂, en base a la masa de hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido) de un silicato hidrosoluble como "una primera capa depositada", mientras que se hace referencia a una capa formada por tratamiento superficial con el anterior agente de tratamiento de superficie como "una segunda capa depositada". Como se ha definido anteriormente, el término "revestir" o "revestimiento" significa revestir al menos parte o la totalidad de la superficie de un hidróxido de metal alcalinotérreo. Además, el término "capa depositada" significa una capa que reviste al menos parte o la totalidad de la superficie de un hidróxido de metal alcalinotérreo. Estas definiciones pueden ser aplicadas tanto a la primera como a la segunda capa depositada.

20 Así, un aspecto preferible de la presente invención constituye una composición de resina que contiene cloro que contiene un hidróxido de metal alcalinotérreo con la primera capa depositada y la segunda capa depositada.

25 Las estructuras de la primera capa depositada y la segunda capa depositada no están particularmente limitadas. Por ejemplo, puede ser aplicable una multicapa que incluya la primera capa depositada como capa interna y la segunda capa depositada como capa externa. Por el contrario, también puede ser aplicable una multicapa que incluya la segunda capa depositada como capa interna y la primera capa depositada como capa externa. Cuando la primera capa depositada se forma sobre sólo parte de la superficie del hidróxido de metal alcalinotérreo, la segunda capa depositada puede formarse sobre el resto de la superficie (el área no revestida con la primera capa depositada) en la misma esfera. No es necesario tener límites claros entre la primera capa depositada y la segunda capa depositada, y las dos capas pueden constituir parcialmente una estructura compuesta. Se puede aplicar cualquier estructura siempre que no se altere el efecto de la presente invención. Para aumentar la filtrabilidad de la suspensión, es preferible o bien una estructura de multicapa que incluya la primera capa depositada como capa interna y la segunda capa depositada como capa externa, o bien una estructura en la que la primera capa depositada se forma sobre parte de la superficie del hidróxido de metal alcalinotérreo y la segunda capa depositada se forma sobre el resto de la superficie en la misma esfera.

40 Como ejemplos del ácido graso superior, se incluyen ácidos grasos superiores saturados o insaturados C₁₂₋₂₄. Como ejemplos específicos del ácido graso superior, se incluyen, aunque sin limitación, un ácido graso saturado C₁₂₋₂₄, tal como ácido láurico, ácido mirístico, ácido pentadecílico, ácido palmítico, ácido margárico, ácido esteárico, ácido tuberculoesteárico, ácido araquídico, ácido behénico y ácido lignocérico, y ácidos grasos superiores insaturados C₁₂₋₂₄, tales como ácido oleico, ácido linólico, ácido linolénico y ácido araquidónico. Como ejemplos de la sal de metal alcalino del ácido graso superior, se incluyen sales de este ácido graso, y son preferibles las sales de sodio o las sales de potasio.

50 Como ejemplos específicos del éster de alcohol polihídrico y ácido graso, se incluyen, aunque sin limitación, monoestearato de glicerol y monooleato de glicerol.

55 Como ejemplos del detergente aniónico, se incluyen, aunque sin limitación, sulfatos de alcoholes superiores, tales como alcohol estearílico y alcohol oleílico; sulfatos de éter de polietilenglicol; sulfatos unidos a amido; sulfatos unidos a éster, sulfonatos unidos a éster, sulfonatos unidos a amida, sulfonatos unidos a éter, alquilalilsulfonatos unidos a éter, alquilalilsulfonatos unidos a éster y alquilalilsulfonatos unidos a amida.

60 Como ejemplos del éster fosfórico, se incluyen, aunque sin limitación, triéster del ácido fosfórico, diéster del ácido fosfórico, monoéster del ácido fosfórico o una mezcla de los mismos.

65 Como ejemplos del triéster de ácido fosfórico, se incluyen, aunque sin limitación, fosfato de trimetilo, fosfato de trietilo, fosfato de tripropilo, fosfato de tributilo, fosfato de tripentilo, fosfato de trihexilo, fosfato de trioctilo, fosfato de trifenilo, fosfato de tricresilo, fosfato de trixilenilo, fosfato de hidroxifenildifenilo, fosfato de cresildifenilo, fosfato de xilendifenilo, fosfato de oleílo y fosfato de estearilo.

Como ejemplos de diésteres o monoésteres (a saber, ésteres ácidos fosfóricos), se incluyen, aunque sin limitación, fosfato ácido de metilo (una mezcla de un éster monometílico y un éster dimetílico), fosfato ácido de etilo (una mezcla de un éster monoetilico y un éster dietílico), fosfato ácido de isopropilo (una mezcla de un éster

monoisopropílico y un éster diisopropílico), fosfato ácido de butilo (una mezcla de un éster monobutílico y un éster dibutílico), fosfato ácido de 2-etilhexilo (una mezcla de un éster mono-2-etilhexílico y un éster di-2-etilhexílico), fosfato ácido de isodecilo (una mezcla de un éster monoisodecílico y un éster diisodecílico), fosfato ácido de dilaurilo, fosfato ácido de laurilo (una mezcla de un éster monolaurílico y un éster dilaurílico), fosfato ácido de tridecilo (una mezcla de un fosfato ácido de monotridecilo y un fosfato ácido de ditridecilo), fosfato ácido de monoestearilo, fosfato ácido de diestearilo, fosfato ácido de estearilo (una mezcla de un éster monoestearílico y un éster diestearílico), fosfato ácido de isoestearilo (una mezcla de un éster monoisoestearílico y un éster diisoestearílico), fosfato ácido de oleilo (una mezcla de un éster monooleílico y un éster dioleílico) y fosfato ácido de behenilo (una mezcla de un éster monobehenílico y un éster dibehenílico).

Estos ésteres fosfóricos ácidos pueden ser al menos una sal metálica, tal como sales de metales pertenecientes a los grupos Ia, IIa, IIb y IIIa de la tabla periódica. Como ejemplos preferibles, se incluyen sales de litio, sales de magnesio, sales de calcio, sales de estroncio, sales de bario, sales de zinc y sales de aluminio de los anteriores diésteres o monoésteres.

El agente copulante de silano aquí utilizado significa un organosilano que tiene un grupo funcional reactivo seleccionado entre un grupo amino, epoxi, vinilo, acrilóilo, metacrilóilo o mercapto, o un átomo de cloro, junto con un grupo hidrolizable representado por un grupo alcoxi.

Así, como ejemplos del agente copulante de silano se incluyen, aunque sin limitación, viniletosisilano, viniltris(2-metoxietoxi)silano, $[(\gamma\text{-metacriloxi)propil}]$ trimetoxisilano, metiltrietoxisilano, hexiltrimetoxisilano, γ -aminopropiltrimetoxisilano, β -(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxisilano, γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano, γ -mercaptopropiltrimetoxisilano y 3-cloropropiltrimetoxisilano.

Como ejemplos del agente copulante de aluminio, se incluyen, aunque sin limitación, diisopropilato de acetilalcoxialuminio.

Como ejemplos del agente copulante de titanato, se incluyen, aunque sin limitación, triisoestearoititanato de isopropilo, tris(dioctilpirofosfato)titanato de isopropilo, tri(N-aminoetilaminoetil)titanato de isopropilo y tridecibencenosulfoniltitanato de isopropilo.

El organosilano está representado por un compuesto de silicio orgánico que tiene, junto con alquilo y/o arilo, un grupo hidrolizable, tal como un grupo alcoxi. Como ejemplos específicos, se incluyen feniltrimetoxisilano, difenildimetoxisilano, dimetildimetoxisilano, tetraetoxisilano, trimetilclorosilano, hexiltrietoxisilano y deciltrimetoxisilano.

Como ejemplos del organosiloxano, se incluyen oligómero de organosiloxano y organopolisiloxano, incluyendo organodisiloxano. Como ejemplos del organodisiloxano, se incluyen, aunque sin limitación, hexametildisiloxano, hexaetildisiloxano, hexapropildisiloxano, hexafenildisiloxano y metilsiliconato de sodio. Como ejemplos del oligómero de organosiloxano, se incluyen, aunque sin limitación, oligómero de metilfenilsiloxano y oligómero de fenilsiloxano.

Según la presente invención, el organopolisiloxano es particularmente preferido como organosiloxano. Entre ellos, se usan adecuadamente los así llamados "aceites de silicona". Como ejemplos de dichos organopolisiloxanos, se incluyen los así llamados "aceites de silicona lineales", tales como dimetilpolisiloxano, metil hidrógeno polisiloxano, metilfenilpolisiloxano y metilpoliciclosiloxano.

Además, se pueden usar adecuadamente los así llamados "aceites de silicona modificados" que tienen varios grupos orgánicos funcionales. Como ejemplos de dichos aceites de silicona modificados, se incluyen, aunque sin limitación, aceites de silicona modificados con poliéter, modificados con epoxi, modificados con amino, modificados con carboxilo, modificados con mercapto, modificados con carbinol, modificados con metacrililo y modificados con alquilo de cadena larga.

Como ejemplos del organosilazano, se incluyen, aunque sin limitación, hexametildisilazano, hexaetildisilazano, hexafenildisilazano, hexaetilciclotrisilazano, metilpolisilazano y fenilpolisilazano.

Según la presente invención, los agentes copulantes de silano son particularmente preferidos como agente de tratamiento de superficie. Entre los agentes copulantes de silano, se prefieren en particular el γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano, el metiltrietoxisilano y el hexiltrimetoxisilano.

El segundo agente de tratamiento de superficie es usado en el tratamiento de superficie en una cantidad del 0,03 al 10% en masa, preferiblemente del 0,1 al 5% en masa, en particular preferiblemente del 1 al 3% en masa, del hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido.

El método de tratamiento de superficie con un agente de tratamiento de superficie para formar la segunda capa depositada no está particularmente limitado, y se puede emplear cualquier método húmedo y cualquier método seco.

Como ejemplo de método húmedo de tratamiento de superficie de la partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo, se menciona el siguiente, aunque el método no se limita a este ejemplo. En primer lugar, como se ha mencionado anteriormente, se forma una primera capa depositada que contiene sílice sobre la superficie de las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido en suspensión del hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido. Se
5 añade entonces a la suspensión de hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene la primera capa depositada un agente de tratamiento de superficie en una forma adecuada, tal como emulsión, solución acuosa o suspensión acuosa, y se calienta luego la suspensión hasta una temperatura de 20°C a 95°C, preferiblemente de 30°C a 95°C. Con calentamiento, se agita la mezcla resultante y se mezcla a un pH de 6 a 12. A continuación, se filtran las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo y se lavan las partículas obtenidas con agua, y se secan y trituran después.

10 Como ejemplo de método seco de tratamiento de superficie de la partícula de hidróxido de metal alcalinotérreo, se menciona el siguiente, aunque el método no se limita a este ejemplo. En primer lugar, como se ha mencionado anteriormente, se forma una primera capa depositada que contiene sílice sobre la superficie de las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido en suspensión del hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido. Se
15 filtra la suspensión para separar las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo revestido. Se lavan las partículas de hidróxido de metal alcalinotérreo revestido así obtenidas con agua y se secan y trituran después. Se agitan luego, calentando a una temperatura de 5°C a 300°C, preferiblemente de 30°C a 300°C, las partículas trituradas y se mezclan con el agente de tratamiento de superficie.

20 La masa total de la segunda capa depositada provista sobre la superficie del hidróxido de metal alcalinotérreo no está particularmente limitada, y es preferiblemente del 0,03 al 10% en masa del hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido. La masa total es más preferiblemente del 0,1 al 5% en masa, aún más preferiblemente del 1 al 3% en masa, en relación a la masa del hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido.

25 La composición de resina que contiene cloro según la presente invención puede eventualmente contener otros aditivos adecuados. Como ejemplos de dichos aditivos, se incluyen plastificantes, lubricantes, cargas, antioxidantes, estabilizadores térmicos, agentes nucleantes, agentes entrecruzantes, ayudas de entrecruzamiento, agentes antiestáticos, agentes compatibilizadores, agentes fotorresistentes, pigmentos, agentes espumantes y agentes a prueba de mohos.

30 El método para preparar una composición de resina que contiene cloro de la presente invención no está particularmente limitado. La composición de resina que contiene cloro puede ser producida amasando los ingredientes con, por ejemplo, un extrusor de una sola hélice, un extrusor de doble hélice, una amasadora de tipo rodillo, una amasadora y una mezcladora Banbury.

35 La composición de resina que contiene cloro de la presente invención puede ser adecuadamente usada, según el objetivo de uso, en varios moldeos, tales como moldeo de inyección, moldeo de extrusión, moldeo de insuflamiento, moldeo de presión, moldeo de vacío, moldeo de calandria, moldeo de transferencia y moldeo de laminado. Concretamente, los efectos de la presente invención para suprimir defectos externos tales como destellos o
40 manchas de plata pueden ser los mayores en el moldeo de inyección. Así, la composición de resina que contiene cloro es preferiblemente una composición de resina que contiene cloro para moldeo de inyección. Además, la composición de resina que contiene cloro para moldeo de inyección es preferiblemente usada en el moldeo de inyección.

45 Dicho uso de la composición de resina que contiene cloro para moldeo de inyección es un aspecto de la presente invención. Además, un aspecto de la presente invención se relaciona con un método que incluye la mezcla del hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, la primera capa depositada con una resina que contiene cloro y el moldeo de la composición de resina que contiene cloro obtenida por moldeo de inyección. Además, un cuerpo moldeado por inyección producible mediante el método constituye otro aspecto de la presente
50 invención. En el método, los ingredientes y las cantidades de los ingredientes que hay que añadir en la composición de resina que contiene cloro han sido ya mencionados anteriormente.

En una realización preferida de uso del método de producción del cuerpo moldeado por inyección, el hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, la primera capa depositada incluye además una segunda capa
55 depositada formada a partir de al menos un agente de tratamiento de superficie seleccionado entre el grupo consistente en ácidos grasos superiores, sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores, ésteres de alcoholes polihídricos y ácidos grasos superiores, detergentes aniónicos, ésteres fosfóricos, agentes copulantes de silano, agentes copulantes de aluminio, agentes copulantes de titanato, organosilanos, organosiloxanos y organosilazanos.

60 Ejemplos

La presente invención es explicada a continuación haciendo referencia a los siguientes Ejemplos, aunque la presente invención no se limita a estos Ejemplos.

<Preparación de hidróxido de metal alcalinotérreo con una capa depositada> (Ejemplo de síntesis A)

Se añadieron simultáneamente a 5 l de agua en un recipiente de reacción 16,7 l de una solución acuosa de cloruro de magnesio de 4 mol/l y 8,4 l de una solución acuosa de hidróxido de sodio de 14,3 mol/l con agitación. Se sometió entonces la mezcla de reacción a una reacción hidrotérmica a 170°C durante 1 hora. Se filtró el hidróxido de magnesio así obtenido y se lavó después con agua. Se suspendió la torta obtenida de nuevo en agua, para obtener una suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (150 g/l). Se calentaron 20 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio (150 g/l) hasta 80°C y se añadieron luego 150 g (en términos de SiO₂) de silicato de sodio a la misma. A continuación, se añadió ácido sulfúrico a la suspensión a lo largo de 1 hora hasta que el pH de la suspensión alcanzó 9. Se maduró la suspensión a 80°C durante 1 hora, para formar una capa depositada que contenía sílice de alta densidad sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio. Se separaron las partículas de hidróxido de magnesio revestido de la suspensión obtenida por filtración, seguido de lavado con agua, secado y trituración. Se produjo así un hidróxido de metal alcalinotérreo, que es uno de los ingredientes de una composición de resina que contiene cloro de la presente invención.

(Ejemplo de síntesis B)

Se calentaron 20 l de la suspensión acuosa de hidróxido de magnesio antes del revestimiento con sílice (150 g/l), que había sido preparada en el Ejemplo de síntesis A, hasta 80°C y se añadieron entonces a la misma 300 g (en términos de SiO₂) de silicato de sodio. A continuación, se añadió ácido sulfúrico a la suspensión a lo largo de 1 hora hasta que el pH de la suspensión alcanzó 9. Se maduró la suspensión a 80°C durante 1 hora, para formar una capa depositada que contenía sílice de alta densidad sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio. Se preparó por separado una solución acuosa que contenía un 0,3% de ácido acético y un 50% de metanol y se añadieron luego 90 g de γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano a la solución para provocar la hidrólisis. Se produjo así una emulsión que contenía γ -metacriloxipropiltrimetoxisilano hidrolizado. Se añadió la emulsión a la suspensión y se mezclaron entonces a 80°C durante 1 hora. Se filtró luego la suspensión para separar las partículas de hidróxido de magnesio revestido. Se lavaron las partículas de hidróxido de magnesio revestido obtenidas con agua y se secaron y trituraron después, para preparar un hidróxido de metal alcalinotérreo, que es uno de los ingredientes de una composición de resina que contiene cloro de la presente invención.

(Ejemplo de síntesis C)

Se calentaron 20 l de la suspensión acuosa de hidróxido de calcio antes del revestimiento con sílice (150 g/l) hasta 80°C con agitación y se añadieron luego a la misma 30 g (en términos de SiO₂) de silicato de sodio. A continuación, se añadió ácido sulfúrico a la suspensión a lo largo de 1 hora hasta que el pH de la suspensión alcanzó 9. Se maduró la suspensión a 80°C durante 1 hora, para formar una capa depositada que contenía sílice de alta densidad sobre la superficie de las partículas de hidróxido de calcio. Se preparó por separado una solución acuosa que contenía un 0,3% de ácido acético y un 50% de metanol y se añadieron entonces 90 g de hexiltrimetoxisilano a la solución para provocar la hidrólisis. Se produjo así una emulsión que contenía hexiltrimetoxisilano hidrolizado. Se añadió la emulsión a la suspensión y se mezclaron entonces a 80°C durante 1 hora. Se filtró luego la suspensión para separar las partículas de hidróxido de calcio revestido. Se lavaron las partículas de hidróxido de calcio revestido obtenidas con agua y se secaron y trituraron después, para obtener un hidróxido de metal alcalinotérreo, que es uno de los ingredientes de una composición de resina que contiene cloro de la presente invención.

(Ejemplo de preparación)

<Preparación de composiciones y láminas que contienen resina de cloro>

Según la receta para cada uno de los Ejemplos y el Ejemplo comparativo que aparecen en la Tabla 1 ó 2, se amasaron los ingredientes con un rodillo de 8 pulgadas a 170°C durante 5 minutos, para preparar una composición que contenía una resina de cloro. Se moldeó cada una de las composiciones que contenían una resina de cloro en forma de lámina, para preparar una lámina de 0,3 mm de grosor.

<Evaluación de las láminas>

(Formación de espuma por prensado)

Se prensó la lámina preparada en los Ejemplos de preparación con una prensa eléctrica a 220°C mediante un precalentamiento de un minuto y un prensado de dos minutos (presión de compresión: 4,9 MPa (50 kgf/cm²)). Se observó la presencia o ausencia de burbujas en la superficie de la lámina prensada visualmente. Si se observaban burbujas en la lámina, se indicó la muestra como "Observado" en las Tablas, y si no, se indicó la muestra como "No observado".

(Resistencia dinámica al calor)

Se cortó en piezas la lámina preparada en el Ejemplo de preparación. Se pusieron entonces 65 g de las piezas de la

lámina en un "labo plastomill" tipo 50C-150 (R-60) (un producto de Toyo Seiki Seisaku-sho, LTD) y se amasaron a 200°C con una velocidad de rotación de 30 rpm. Durante el amasado, se midió el período desde el inicio del amasado hasta la elevación del par de torsión.

5 (Resistencia estática al calor del horno)

Se cortó la lámina preparada en piezas de 3 cm x 4 cm y se envejeció en un horno Geer a 200°C. Se evaluó visualmente la decoloración tras el envejecimiento.

10 ++: Excelente (no se observó decoloración)
 +: Bueno (casi no se observó decoloración)
 +/-: Aceptable (ligeramente decolorado)
 --: Defectuoso (notablemente decolorado)

15 (Resistencia estática al calor de la prensa)

Se prensó la lámina preparada con una prensa eléctrica a 200°C mediante un precalentamiento de un minuto y un prensado de dos minutos (presión de compresión: 4,9 MPa (50 kgf/cm²)). Se evaluó visualmente la decoloración tras el prensado.

20 ++: Excelente (no se observó decoloración)
 +: Bueno (casi no se observó decoloración)
 +/-: Aceptable (ligeramente decolorado)
 --: Defectuoso (notablemente decolorado)

25 <Evaluación del cuerpo moldeado por inyección>

(Evaluación de la frecuencia de aparición de destellos en el moldeo de inyección)

30 Se agitaron los componentes que aparecen en las Tablas 1 y 2 con una mezcladora de alta velocidad de 20 l y se calentó la mezcla hasta 120°C. Se enfrió luego rápidamente la mezcla hasta 40°C, para producir un compuesto para el ensayo de moldeo de inyección. Se moldeó el compuesto obtenido por moldeo de inyección con una máquina de moldeo de inyección 40T (un producto de Nissei Plastic Industrial Co., Ltd., tambor: 60°C, boquilla: 190°C). Se observó la aparición de formación de espuma (destellos) en el artículo moldeado obtenido visualmente. En caso de observar formación de espuma sobre la lámina, se indicó la muestra como "Observado" en las Tablas, y, en caso de no observarla, se indicó la muestra como "No observado".

35 (Explicación de los componentes)

40 En los Ejemplos y Ejemplos comparativos, se usaron los siguientes hidróxidos de metales alcalinotérreos:

(Ejemplos)

45 Muestra A: Partícula de hidróxido de magnesio descrita en el Ejemplo de síntesis A
 Muestra B: Partícula de hidróxido de magnesio descrita en el Ejemplo de síntesis B
 Muestra C: Partícula de hidróxido de calcio descrita en el Ejemplo de síntesis C

(Ejemplo comparativo)

50 Hidróxido de magnesio comparativo: Hidróxido de magnesio #200, un producto de Konoshima Chemical Co., Ltd.
 Hidróxido de calcio comparativo: Cal apagada de grado especial, un producto de Hinomaru Kogyo
 Componente comparativo A: Hidróxido de magnesio revestido con silicato de metal alcalinotérreo producido del mismo modo que en el Ejemplo 1 de US 2004/147.660 A.

55 El resultado de la evaluación de un estabilizador basado en plomo convencional es ilustrado en la Tabla 2 como Ejemplo de referencia 1.

60 Sulfato tribásico de plomo: L-7000, un producto de Sakai Chemical Industry Co., Ltd.
 Sulfito dibásico de plomo: NB-2000, un producto de Sakai Chemical Industry Co., Ltd.
 Estearato de plomo: SL-1000, un producto de Sakai Chemical Industry Co., Ltd.

ES 2 604 318 T3

[Tabla 1]

| | Ejemplos | | | | | | |
|--|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| Resina de cloruro de vinilo | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Estearato de zinc | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 |
| Dibenzoilmetano | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |
| Dipentaeritritol | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| Muestra A | 0,03 | 0,5 | | | 4 | | |
| Muestra B | | | 0,5 | | | 4 | |
| Muestra C | | | | 0,5 | | | 4 |
| Formación de espuma por prensado | No observado |
| Resistencia dinámica al calor | 20 min. | 30 min. | 30 min. | 30 min. | 40 min. | 40 min. | 40 min. |
| Resistencia estática al calor del horno | + - | + | + | + | ++ | ++ | ++ |
| Resistencia estática al calor de la prensa | + - | ++ | ++ | ++ | + - | + - | + - |
| Aparición de destellos en el moldeo de inyección | No observado |

[Tabla 2]

| | Ejemplo comparativo | | | | | | | | Ejemplo de referencia | |
|--|---------------------|-----------|--------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------------------|--------------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | | |
| Resina de cloruro de vinilo | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 1 |
| Estearato de zinc | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | |
| Dibenzoilmetano | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | |
| Dipentaeritritol | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | |
| Hidróxido de magnesio comparativo | 0,5 | - | - | 4 | - | 0,03 | - | - | - | |
| Hidróxido de calcio comparativo | - | 0,5 | - | - | 4 | - | 0,03 | - | - | |
| Sulfato tribásico de plomo | | | | | | | | | | 1,5 |
| Sulfito dibásico de plomo | | | | | | | | | | 1,5 |
| Estearato de plomo | | | | | | | | | | 0,5 |
| Componente comparativo A | | | | | | | | | 0,5 | |
| Formación de espuma por prensado | Observado | Observado | No observado | Observado | Observado | Observado | Observado | Observado | Observado | No observado |
| Resistencia dinámica al calor | 30 min. | 35 min. | 10 min. | 50 min. | 50 min. | 15 min. | 15 min. | 15 min. | 25 min. | 35 min. |
| Resistencia estática al calor del horno | + | + | - | - | - | - | - | - | +/- | + |
| Resistencia estática al calor de la prensa | +/- | +/- | + | - | - | +/- | +/- | +/- | + | + |
| Aparición de destellos en el moldeado de inyección | Observado | Observado | "Quemado" | Observado | Observado | Observado | Observado | Observado | Observado | No observado |

Tal como se ilustra en la Tabla 1, cualquiera de las composiciones de resina que contiene cloro de los Ejemplos, que entran dentro del alcance de la presente invención, no mostraba en absoluto formación de espuma (destellos) en el moldeo de inyección. Los resultados de los Ejemplos eran comparables al caso en que se usó un estabilizador basado en plomo, cuyas alternativas han sido demandadas por razones de peligrosidad (Ejemplo de referencia 1).

5 Por el contrario, los Ejemplos comparativos 1 a 2 y 4 a 7, en los que se mezcló hidróxido de magnesio o hidróxido de calcio sin revestir, o el Ejemplo comparativo 8, en el que se usó hidróxido de magnesio revestido con un silicato de metal alcalinotérreo, causaron defectos externos por formación de espuma (destellos) en el moldeo de inyección. En el Ejemplo comparativo 3, que no contiene hidróxido de metal alcalinotérreo, se produjo un fenómeno de ennegrecimiento, generalmente llamado "quemado", y el artículo moldeado no era tolerable para uso práctico. Por lo tanto, el resultado de los Ejemplos y de los Ejemplos comparativos demostraba el efecto ventajoso de la presente invención para suprimir la formación de espuma (destellos) en el moldeo de inyección.

15 En cuanto a otras propiedades físicas, las propiedades físicas de las composiciones de resina que contiene cloro de los Ejemplos eran comparables a una composición convencional que contiene un estabilizador basado en plomo (Ejemplo de referencia 1). Por el contrario, la composición de los Ejemplos comparativos sólo mostraba propiedades físicas pobres en cualquiera o en todas de la resistencia a la formación de espuma, la resistencia al calor o similar. Dichas pobres propiedades físicas eran insuficientes para un uso práctico. Estos resultados mostraron que la composición de resina que contiene cloro de la presente invención podría ser usada como alternativa a una composición de resina que contiene cloro convencional que contiene estabilizadores peligrosos basados en plomo.

20

REIVINDICACIONES

- 5 1. Uso de un agente supresor de la formación de espuma para una composición de resina que contiene cloro que contiene un hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, una primera capa depositada que contiene de un 0,1 a un 20% en masa en términos de SiO₂ de sílice en un 100% en masa de un hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido como agente supresor de la formación de espuma en una composición de resina que contiene cloro, donde la composición de resina que contiene cloro comprende:
- 10 100 partes en masa de resina que contiene cloro y de 0,01 a 5 partes en masa del agente supresor de la formación de espuma.
- 15 2. El uso del agente supresor de la formación de espuma según la reivindicación 1, donde el hidróxido de metal alcalinotérreo es hidróxido de magnesio.
- 20 3. El uso del agente supresor de la formación de espuma según la reivindicación 1 ó 2, donde el hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene una primera capa depositada sobre su superficie incluye además una segunda capa depositada formada a partir de al menos un agente de tratamiento de superficie seleccionado entre el grupo consistente en ácidos grasos superiores, sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores, ésteres de alcoholes polihídricos y ácidos grasos superiores, detergentes aniónicos, ésteres fosfóricos, agentes copulantes de silano, agentes copulantes de aluminio, agentes copulantes de titanato, organosilanos, organosiloxanos y organosilazanos.
- 25 4. El uso según la reivindicación 1, 2 ó 3, donde la composición de resina que contiene cloro comprende 0,1 - 3 partes en masa del agente supresor de la formación de espuma.
- 30 5. Composición de resina que contiene cloro supresora de la formación de espuma para moldeo de inyección, que comprende
- 100 partes en masa de resina que contiene cloro y de 0,01 a 5 partes en masa de un agente supresor de la formación de espuma, incluyendo el agente supresor de la formación de espuma un hidróxido de metal alcalinotérreo que tiene, sobre su superficie, una primera capa depositada que contiene de un 0,1 a un 20% en masa en términos de SiO₂ de sílice en un 100% en masa de un hidróxido de metal alcalinotérreo no revestido.
- 35 6. La composición de resina que contiene cloro según la reivindicación 5 que incluye 0,1 - 3 partes en masa del agente supresor de la formación de espuma.