

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 628 088**

51 Int. Cl.:

C09K 21/02 (2006.01)

C08K 7/00 (2006.01)

C01F 7/02 (2006.01)

C09C 1/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.08.2010 E 10173296 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.03.2017 EP 2420474**

54 Título: **Procedimiento para el secado por molienda de trihidróxido de aluminio**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
01.08.2017

73 Titular/es:

**NABALTEC AG (100.0%)
Alustrasse 50-52
92421 Schwandorf, DE**

72 Inventor/es:

**REIMER, DR. ALFRED;
IHMELS, DR. CARSTEN y
BEER, CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 628 088 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el secado por molienda de trihidróxido de aluminio

La invención se refiere a un procedimiento para el secado por molienda de una mezcla bruta que contiene trihidróxido de aluminio.

5 En la industria de la construcción, del mueble, del transporte, eléctrica y electrónica se usan polímeros como materiales. Para muchas aplicaciones deben cumplir los polímeros normas de protección frente a la llama nacionales e internacionales. Dado que la mayor parte de los polímeros, en particular aquellos que pueden obtenerse a partir de monómeros a base de hidrocarburos, son inflamables es necesario revestir los polímeros con
10 agentes ignífugos para poder conseguir una clasificación del polímero como de protección frente a la llama. En general se consigue esto mediante la adición de agentes ignífugos orgánicos o inorgánicos. Como agentes ignífugos se usan por ejemplo hidratos metálicos, habiendo conseguido los hidratos metálicos del aluminio un significado importante (G. Kirschbaum, Kunststoffe; 79, 1999, 1205 - 1208 y R. Schmidt, Kunststoffe, 88, 1998, 2058 - 2061).

15 La acción de protección frente a la llama del trihidróxido de aluminio se basa en la disociación térmica del agua químicamente unida en caso de incendio a temperaturas en el intervalo de 200 °C a 400 °C. Durante esta descomposición endotérmica del trihidróxido de aluminio se consume energía, de manera que la superficie del plástico se enfría. Adicionalmente, el vapor de agua liberado diluye los productos de degradación orgánicos inflamables de los polímeros. El óxido de aluminio que queda como residuo presenta a este respecto una alta superficie específica y absorbe compuestos de hidrocarburos policíclicos y aromáticos, que se producen en la combustión del polímero. Por esto se retiran estos compuestos del proceso de combustión. Dado que los
20 compuestos de hidrocarburos policíclicos y aromáticos son partes constituyentes del humo de incendio negro, contribuye el trihidróxido de aluminio también a una reducción de la densidad de gas de humo en el caso de incendio. Mediante el uso de trihidróxido de aluminio pueden prepararse por consiguiente plásticos libres de halógeno protegidos frente a la llama, pudiéndose prescindir del uso de agentes ignífugos que contienen halógeno.

25 Para garantizar una protección frente a la llama suficiente y para cumplir las normas de protección frente a la llama, son necesarias sin embargo altas cantidades de uso de trihidróxidos de aluminio en plásticos. Debido al alto grado de carga se configura con frecuencia de manera difícil el proceso de procesamiento de tales mezclas de polímeros protegidos frente a la llama, en particular con el uso en resinas líquidas y las propiedades mecánicas de los plásticos que pueden obtenerse a partir de esto son con frecuencia insuficientes.

30 En principio si bien se desean altas superficies por motivos de la eficacia de la protección frente a la llama, sin embargo éstas hacen claramente más difícil la incorporación en el polímero y su posterior procesamiento debido a un fuerte aumento de la viscosidad. Si bien las superficies BET bajas son ventajosas debido a la incorporación más fácil en polímeros, sin embargo al mismo tiempo son desventajosas, dado que trihidróxido de aluminio con una superficie BET baja sólo presenta una acción de protección frente a la llama insuficiente. Por tanto se diferencia dependiendo del fin de uso y de la tecnología de incorporación por regla general entre calidades molidas
35 relativamente gruesas y las denominadas calidades de trihidróxido de aluminio finamente precipitada.

Con el uso de trihidróxido de aluminio en resinas líquidas se usa habitualmente trihidróxido de aluminio bastante grueso, que se obtiene mediante molienda de hidróxido de aluminio bruto.

40 Mediante esto se consigue además de una reducción del tamaño de partícula promedio D_{50} , un claro aumento de la superficie específica según BET. Los trihidróxidos de aluminio obtenidos mediante procedimiento de molienda según el estado de la técnica presentan por tanto una acción de protección frente a la llama mejorada. Sin embargo, tales trihidróxidos de aluminio pueden usarse como agentes ignífugos sólo de manera condicionada, dado que éstos conducen durante la incorporación en resinas líquidas a un aumento drástico de la viscosidad de la mezcla de resina líquida, que dificulta la procesabilidad de tales mezclas de resina líquida o la imposibilita. Por tanto se detiene el proceso de molienda habitualmente con tamaños de grano promedio por encima de 5 μm , ya que en este caso se
45 consiguen aún superficies aceptables en el intervalo $\leq 3 \text{ m}^2/\text{g}$. Una molienda más fuerte genera un claro aumento de la superficie y dificulta mucho la procesabilidad del trihidróxido de aluminio obtenido y del material compuesto generado a partir de esto. Por tanto, para la preparación de trihidróxido de aluminio finamente dividido se selecciona el modo a través de procedimientos de precipitación, en el que pueden realizarse superficies en principio más bajas.

50 En el caso de aplicaciones termoplásticas y de caucho se usan por regla general calidades de trihidróxido de aluminio lo más finamente precipitado.

Para ello se disuelve trihidróxido de aluminio bruto grueso en solución de hidróxido de sodio y a continuación se precipita de manera controlada. En este procedimiento se obtiene trihidróxido de aluminio, que presenta por regla general un tamaño de partícula promedio D_{50} claramente por debajo de 3 μm . Los trihidróxidos de aluminio así obtenidos presentan una superficie específica según BET relativamente baja, habitualmente en el intervalo de 2 a 12
55 m^2/g , raras veces más alta. Para el caso de que se preparen los trihidróxidos de aluminio de tales tamaños de grano mediante procesos de molienda costosos, esto conduce a trihidróxidos de aluminio con superficies BET claramente más altas.

Por consiguiente, el trihidróxido de aluminio con una alta superficie específica según BET es por un lado ventajoso, dado que la acción de protección frente a la llama aumenta con superficie específica según BET creciente, por otro lado tales trihidróxidos de aluminio conducen en la incorporación en resinas líquidas a un aumento drástico de la viscosidad, que dificulta la procesabilidad de las resinas o incluso la imposibilita. En el documento EP 1 555 286 se describe un procedimiento, en el que el trihidróxido de aluminio obtenido mediante precipitación y filtración con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 0,8 a 1,5 μm y un contenido en agua alto en el intervalo del 50 % en peso, con respecto a trihidróxido de aluminio, se somete a un proceso de secado por molienda a temperaturas en el intervalo de 150 °C a 450 °C. El trihidróxido de aluminio obtenido según este procedimiento presenta buenas propiedades de viscosidad en resinas líquidas, existiendo sin embargo aún espacio para mejoras. Es desventajoso en el procedimiento descrito en el documento EP 155 286 en particular que deba usarse un trihidróxido de aluminio que puede obtenerse mediante precipitación con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 0,8 bis 1,5 μm .

Otra posibilidad descrita en el estado de la técnica para evitar las propiedades desventajosas de la viscosidad de trihidróxido de aluminio en sistemas de resina líquida es el revestimiento de partículas de trihidróxido de aluminio con aditivos orgánicos tales como por ejemplo silanos, ácidos grasos y/o titanatos.

Por tanto, el objetivo de la presente invención es la facilitación de un procedimiento para la preparación de trihidróxido de aluminio, que presente una alta superficie específica según BET y pueda incorporarse bien en resinas líquidas y en particular no conduzca a los aumentos drásticos de la viscosidad descritos anteriormente. El procedimiento debe ser más económico que los procedimientos descritos en el estado de la técnica, en particular deben evitarse procedimientos de revestimiento costosos y como productos de partida deben poder usarse también trihidróxidos de aluminio con tamaños de partícula promedio D_{50} claramente más altos.

El objetivo se soluciona mediante un procedimiento, en el que una mezcla bruta que contiene trihidróxido de aluminio con un tamaño de partícula promedio en el intervalo de 50 a 130 μm se somete a un procedimiento de secado por molienda. Por tanto, el objeto de la invención es un procedimiento para el secado por molienda de una mezcla bruta que contiene trihidróxido de aluminio con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 50 a 130 μm y una superficie específica según BET en el intervalo de 0,01 a 0,5 m^2/g y del 0,1 % al 20 % en peso de agua con respecto a la mezcla bruta, que contiene las etapas

- i) alimentar la mezcla bruta en una unidad de secado por molienda,
- ii) alimentar un flujo de aire caliente con una temperatura en el intervalo de 20 °C a 150 °C en la unidad de secado por molienda, que fluye a través de la unidad de secado por molienda, y
- iii) triturar el trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta en la unidad de secado por molienda.

El procedimiento de acuerdo con la invención es más económico en comparación con los procedimientos conocidos en el estado de la técnica. En el procedimiento de acuerdo con la invención pueden usarse trihidróxidos de aluminio con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 50 a 130 μm . Además puede realizarse el procedimiento de acuerdo con la invención, en comparación con el procedimiento según el estado de la técnica (documento EP 155 286; de 150 a 450 °C), a temperaturas claramente más bajas, lo que conduce a un ahorro de energía y además excluye una deshidratación de trihidróxido de aluminio para dar óxido de aluminio.

El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención presenta una alta superficie específica según BET y con ello una excelente acción de protección frente a la llama. El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención puede introducirse a este respecto bien en resinas líquidas y no conduce en particular a un aumento drástico de la viscosidad de la mezcla de resina líquida obtenida, tal como se observar éste en caso de trihidróxidos de aluminio del estado de la técnica.

La mezcla bruta usada en el procedimiento de acuerdo con la invención contiene del 50 % al 99,9 % en peso, preferentemente del 80 % al 99,85 % en peso de trihidróxido de aluminio, del 0,1 % al 20 % en peso de agua y eventualmente del 0 % al 30 % en peso de otras sustancias tal como por ejemplo se Boehmita, hidróxido de magnesio, estannatos, silanos, silanos policondensados, siloxanos, boratos, ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos, sales de ácidos grasos, emulsiones de polímero, soluciones de polímero y/o titanatos.

La mezcla bruta contiene trihidróxido de aluminio con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 50 a 130 μm , preferentemente en el intervalo de 80 a 120 μm , más preferentemente en el intervalo de 90 a 110 μm y en particular preferentemente en el intervalo de 95 a 105 μm . Los tamaños de partícula promedio D_{50} indicados en la presente invención se han determinado por medio de granulometría por láser (granulómetro por láser Cilas 1064, evaluación según Fraunhofer).

El trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta presenta una superficie específica según BET en el intervalo de 0,01 a 0,5 m^2/g , preferentemente de 0,05 a 0,4 m^2/g , más preferentemente de 0,06 a 0,35 m^2/g y en particular preferentemente de 0,07 a 0,25 m^2/g . Las superficies específicas según BET indicadas en la presente invención se han determinado según el procedimiento de Brunauer-Emmet-Teller según la norma ISO 9277.

La mezcla bruta contiene en general del 0,1 % al 20 % en peso de agua con respecto a la mezcla bruta. Preferentemente está contenido en la mezcla bruta del 3 % al 15 % en peso, más preferentemente del 4 % al 12 % en peso y en particular preferentemente del 6 % al 10 % en peso de agua, con respecto a la mezcla bruta.

5 En una forma de realización preferente contiene la mezcla bruta un trihidróxido de aluminio, que contiene de manera condicionada por la preparación del 1 % al 20 % en peso, preferentemente del 3 % al 15 % en peso, más preferentemente del 4 % al 12 % en peso y en particular del 6 % al 10 % en peso de agua con respecto a trihidróxido de aluminio. En este caso proviene el agua contenida en la mezcla bruta sólo del trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta. Es también posible usar trihidróxidos de aluminio con un contenido en agua más bajo y añadir agua a la mezcla bruta. Sin embargo, esto no es preferente.

10 La mezcla bruta puede contener además de trihidróxido de aluminio otras sustancias tales como por ejemplo boehmita, hidróxido de magnesio, estannatos, silanos, silanos policondensados, siloxanos, boratos, ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos, sales de ácidos grasos, emulsiones de polímero, soluciones de polímero y/o titanatos. Preferentemente están contenidas estas sustancias de manera condicionada por la preparación en el trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta. Es también posible añadir otras sustancias a la mezcla bruta.

15 En una forma de realización se usa una mezcla bruta que está constituida por trihidróxido de aluminio que contiene del 0,1 % al 20 % en peso de agua, preferentemente del 3 % al 15 % en peso de agua, más preferentemente del 4 % al 12 % en peso y en particular preferentemente del 6 % al 10 % en peso de agua con respecto al trihidróxido de aluminio con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 50 a 130 μm , preferentemente de 80 a 120 μm , más preferentemente de 90 a 110 μm y en particular preferentemente de 95 a 105 μm y una superficie específica según BET en el intervalo de 0,01 a 0,5 m^2/g , preferentemente de 0,05 a 0,4 m^2/g , más preferentemente de 0,06 a 0,35 m^2/g y en particular preferentemente de 0,07 a 0,25 m^2/g .

20 En una forma de realización preferente se usa una mezcla bruta que está constituida por trihidróxido de aluminio que contiene del 6 % al 10 % en peso de agua con respecto a trihidróxido de aluminio con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 90 a 110 μm y una superficie específica según BET en el intervalo de 0,07 a 0,25 m^2/g .

25 Según el procedimiento de acuerdo con la invención se alimenta la mezcla bruta en la etapa i) a una unidad de secado por molienda. Las unidades de secado por molienda adecuadas se conocen en sí y se describen por ejemplo en Lueger, Lexikon der Technik, volumen 48, página 394.

30 En una forma de realización preferente, la unidad de secado por molienda contiene un rotor montado de manera fija sobre un árbol macizo, que gira con una velocidad periférica en el intervalo de 20 a 200 m/s, preferentemente de 30 a 180 m/s, más preferentemente de 90 a 120 m/s y en particular preferentemente de 60 a 70 m/s.

Por tanto es objeto de la invención también un procedimiento, en el que la unidad de secado por molienda contiene un sistema de rotor-estator y el rotor presenta una velocidad periférica en el intervalo de 20 a 200 m/s.

35 La alimentación de la mezcla bruta a la unidad de secado por molienda (etapa i)) puede realizarse mediante procedimientos en sí conocidos tales como por ejemplo cintas transportadoras, roscas transportadoras, bombas de hélices excéntricas y transportadores en espiral. En una forma de realización preferente se alimenta la mezcla bruta a la unidad de secado por molienda por medio de una rosca transportadora.

40 A la unidad de secado por molienda se alimenta en la etapa ii) un flujo de aire caliente con una temperatura en el intervalo de 20 °C a 150 °C, preferentemente de 20 °C a 120 °C, más preferentemente de 20 °C a 100 °C y en particular preferentemente de 20 °C a 80 °C. El flujo de aire caliente entra en una forma de realización preferente en el extremo inferior de la unidad de secado por molienda por una abertura de entrada en la unidad de secado por molienda y fluye a través de ésta de abajo arriba, formando el flujo de aire caliente en contacto con el movimiento giratorio del rotor de la unidad de secado por molienda un flujo turbulento y sale en el extremo superior de la unidad de secado por molienda por una abertura de salida fuera de la unidad de secado por molienda. En una forma de realización preferente, el flujo de aire caliente en la unidad de secado por molienda presenta un índice de Reynolds > 3000. El flujo de aire caliente fluye a través de la unidad de secado por molienda en general con un caudal de aire en el intervalo de 3000 a 7000 Bm^3/h .

45 En la unidad de secado por molienda se acelera el trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta por el flujo de aire caliente en contacto con el movimiento giratorio del rotor. Mediante esto se produce una trituración del trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta mediante choques de las partículas de trihidróxido de aluminio entre sí y/o mediante choques de las partículas de trihidróxido de aluminio con el sistema de rotor-estator de la unidad de secado por molienda (etapa iii)). Simultáneamente se retira agua de la mezcla bruta mediante la energía de molienda que se libera. El trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta se descarga a continuación de la unidad de secado por molienda. La descarga se realiza en una forma de realización preferente por la abertura de salida, por la que sale el flujo de aire caliente alimentado a la unidad de secado por molienda. La mezcla que sale del reactor, que contiene trihidróxido de aluminio, flujo de aire caliente y el agua extraída del trihidróxido de aluminio de la mezcla bruta, se somete eventualmente a otras etapas de procesamiento. Éstas son por ejemplo separar las

partículas de trihidróxido de aluminio trituradas del flujo de aire caliente y del agua extraída de la mezcla bruta en la etapa iii).

5 Las etapas i), ii) y iii) pueden realizarse sucesivamente o simultáneamente. En una forma de realización preferente se realizan las etapas i), ii) y iii) simultáneamente y el procedimiento de secado por molienda se realiza de manera continua. En esta forma de realización se alimenta a la unidad de secado por molienda simultáneamente la mezcla bruta y el flujo de aire caliente.

10 El tiempo de permanencia de la mezcla bruta en la unidad de secado por molienda asciende en general a de 0,01 a 1 segundos, preferentemente de 0,01 a 0,1 segundos y en particular preferentemente de 0,01 a 0,08 segundos. Eventualmente puede colocarse en el procedimiento de acuerdo con la invención un separador. Preferentemente se coloca el separador tras la etapa iii). Mediante el separador se separa el material grueso de la mezcla bruta. El material grueso separado se reconduce a la mezcla bruta. El material grueso en el contexto de la presente invención son partículas con tamaños de partícula mayores de 20 μm .

15 El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención presenta una alta superficie específica según BET y con ello una excelente acción de protección frente a la llama en plásticos. A este respecto, el trihidróxido de aluminio que puede obtenerse de acuerdo con la invención puede introducirse bien en resinas líquidas y no conduce en particular a un aumento drástico de la viscosidad, tal como se observa éste en el caso de trihidróxidos de aluminio conocidos por el estado de la técnica con alta superficie específica según BET.

20 El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención presenta en general un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 3 a 15 μm , preferentemente de 4 a 12 μm , en particular preferentemente en el intervalo de 4 a 6 μm . El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención tiene una distribución de tamaño de partícula estrecha. Los valores D_{10} se encuentran en el intervalo de 1 a 4 μm y preferentemente en el intervalo de 1 a 1,5 μm .

Los valores D_{90} se encuentran en el intervalo de 9 a 20 μm y preferentemente en el intervalo de 9 a 13 μm .

25 Preferentemente, el trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención presenta valores D_{10} en el intervalo de 1 a 1,5 μm , valores D_{50} en el intervalo de 4 a 6 μm y valores D_{90} en el intervalo de 9 a 13 μm .

30 El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención presenta una superficie específica según BET en el intervalo de 2 a 9 m^2/g , preferentemente en el intervalo de 5 a 9 m^2/g . El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención contiene en general del 0 % al 2 % en peso, preferentemente en el intervalo del 0 % al 1 % en peso y más preferentemente del 0,1 % al 0,5 % en peso de agua con respecto a trihidróxido de aluminio.

35 En una forma de realización preferente, el trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención tiene un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 3 a 15 μm , una superficie específica según BET en el intervalo de 2 a 9 m^2/g y un contenido en agua en el intervalo del 0 % al 2 % en peso, con respecto al trihidróxido de aluminio.

El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención puede incorporarse en resinas líquidas que pueden reticularse. Un procedimiento para la preparación de un duroplástico comprende las etapas

40 a) incorporar un trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención en al menos una resina líquida que puede reticularse para la formación de una mezcla que puede curarse de trihidróxido de aluminio y resina líquida y
b) reticular la mezcla obtenida según a). La etapa b) se realiza según procedimientos conocidos por el experto por ejemplo por medio de sistemas de agente endurecedor adecuados, eventualmente usando agentes aceleradores y otros aditivos.

45 Un procedimiento para la preparación de un duroplástico comprende las etapas

a) incorporar un trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención en al menos una resina líquida que puede reticularse del grupo que está constituido por resinas de poliésteres insaturadas y resinas epoxídicas para la formación de una mezcla que puede curarse de trihidróxido de aluminio y resina líquida y
50 b) reticular la mezcla obtenida según a). Las resinas líquidas que pueden reticularse en el contexto de la presente invención son composiciones de polímero líquidas que contienen grupos funcionales que son adecuados para reaccionar entre sí y reticular entre sí los componentes de la resina líquida que puede reticularse. Las funcionalidades adecuadas son dobles enlaces, unidades epoxídicas y combinaciones de unidades de isocianato y alcohol. Para la preparación de un duroplástico puede usarse una (1) resina líquida que
55 puede reticularse o una mezcla de dos o varias resinas líquidas que pueden reticularse.

El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención se usa como agente ignífugo, en particular como agente ignífugo para duroplásticos, que pueden obtenerse a partir de las resinas líquidas que pueden reticularse mencionadas anteriormente.

5 La presente invención se explica en más detalle mediante los siguientes ejemplos sin que se límite ésta a los mismos.

La invención se explica mediante los siguientes ejemplos sin que se límite ésta a los mismos.

Ejemplos

10 El trihidróxido de aluminio que puede obtenerse según el procedimiento de acuerdo con la invención presenta una alta superficie específica según BET y con ello una excelente acción de protección frente a la llama en plásticos. A este respecto, el trihidróxido de aluminio que puede obtenerse de acuerdo con la invención puede incorporarse bien en resinas líquidas y no conduce en particular a un aumento drástico de la viscosidad, tal como se observa éste en los trihidróxidos de aluminio conocidos por el estado de la técnica con alta superficie específica según BET.

Comparación de la distribución de grano y superficie BET

15 La tabla 1 muestra trihidróxidos de aluminio, que se prepararon según procedimientos del estado de la técnica (ejemplos de comparación 1 y 2) y un hidróxido de aluminio que se preparó según el procedimiento de acuerdo con la invención (ejemplo de acuerdo con la invención)

Tabla 1

	D10 [μm]	D50 [μm]	D90 [μm]	D100 [μm]	BET [m^2/g]
Ejemplo de comparación 1	1,3	8	19	-	2,5
Ejemplo de comparación 2	1,3	7	17	25	3
Ejemplo 1 de acuerdo con la invención	1,2	6	11	18	8

20 El trihidróxido de aluminio preparado según el procedimiento de acuerdo con la invención es claramente más fino y muestra una distribución de grano más estrecha, tal como se ilustra mediante la figura 1. Además, el producto de acuerdo con la invención muestra una superficie específica según BET claramente más alta.

Comparación de las propiedades de la viscosidad relativa:

25 La influencia del grado de carga de trihidróxido de aluminio en una resina de poliéster insaturada (Palapreg P17-02 de DSM) se sometió a estudio en el trihidróxido de aluminio de acuerdo con la invención (ejemplo 1 de acuerdo con la invención) en comparación con el trihidróxido de aluminio del estado de la técnica (ejemplo de comparación 1 y 2). Las mezclas dispersadas con grados de carga crecientes se midieron en un reómetro (MCR 301 de la empresa Anton Paar) a 22 °C con un cuerpo de medición de placa/placa de 40 mm de diámetro con números de revoluciones crecientes. Con una velocidad de giro de 0,25 min^{-1} se extrajo un valor y la viscosidad así obtenida se representa frente al grado de carga para cada muestra.

30 La figura 2 muestra el comportamiento de la viscosidad del trihidróxido de aluminio de acuerdo con la invención (ejemplo de acuerdo con la invención 1) y de los ejemplos de comparación 1 y 2.

35 El ejemplo 1 de acuerdo con la invención muestra propiedades de la viscosidad claramente mejores, es decir con este trihidróxido de aluminio se produce un aumento de la viscosidad claramente más bajo que en caso del trihidróxido de aluminio fino de manera comparable (ejemplo de comparación 2) e incluso que en caso del trihidróxido de aluminio más grueso (ejemplo de comparación 1) - y frente a todas las expectativas con superficie BET claramente más alta.

Los resultados se muestran en la figura 2.

Comparación de las propiedades de protección contra la llama

40 Una resina cargada con 150 partes de trihidróxido de aluminio por 100 partes de resina (Palapreg P17-02) se curó y a continuación se midió el índice de aumento de oxígeno (LOI) en la muestra curada. Con el uso del trihidróxido de aluminio de acuerdo con el ejemplo 1 de acuerdo con la invención puede detectarse un aumento significativo del valor del 34,4 hasta el 37,2 % de O_2 en comparación con el trihidróxido de aluminio de acuerdo con el ejemplo de comparación 1. Esto muestra una acción de protección frente a la llama claramente mejorada del trihidróxido de aluminio de acuerdo con la invención en comparación con el trihidróxido de aluminio del estado de la técnica (con al mismo tiempo procesabilidad mejorada).

45

Los resultados se muestran en la tabla 2:

Tabla 2

	LOI [% de O ₂]	BET [m ² /g]
Ejemplo de comparación 1	34,4	2,5
Ejemplo 1 de acuerdo con la invención	37,2	7,8
Diferencia	2,8	5,3

Comparación de las propiedades de la viscosidad relativa:

5

Tabla 3

	BET	d10	d50	d90
Ejemplo de comparación 3	2,0	2,5	11,0	19,9
Ejemplo 2 de acuerdo con la invención	2,6	2,0	10,0	18,7

La tabla 3 muestra la distribución de grano de un trihidróxido de aluminio conocido (ejemplo de comparación 3) y de un trihidróxido de aluminio que se preparó según el procedimiento de acuerdo con la invención (ejemplo 2 de acuerdo con la invención).

10 También en este caso se muestra un efecto de la viscosidad positivo a pesar de la distribución de grano más fina, más estrecha y superficie BET comparable.

Los resultados de las mediciones de la viscosidad dependiendo del grado de carga se muestran en la figura 3.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para el secado por molienda de una mezcla bruta que contiene trihidróxido de aluminio con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 50 a 130 μm y una superficie específica según BET en el intervalo de 0,01 a 0,5 m^2/g y del 0,1 % al 20 % en peso de agua con respecto a la mezcla bruta, que contiene las etapas
- i) alimentar la mezcla bruta en una unidad de secado por molienda,
 - ii) alimentar un flujo de aire caliente con una temperatura en el intervalo de 20 a 150 $^{\circ}\text{C}$ en la unidad de secado por molienda, que fluye a través de la unidad de secado por molienda, y
 - iii) triturar en la unidad de secado por molienda el trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta.
- 10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la mezcla bruta contiene trihidróxido de aluminio y del 3 al 15 % en peso de agua con respecto a la mezcla bruta.
3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, en el que la mezcla bruta contiene trihidróxido de aluminio con un tamaño de partícula promedio D_{50} en el intervalo de 90 a 110 μm .
- 15 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la unidad de secado por molienda contiene un sistema de rotor-estator y el rotor presenta una velocidad periférica en el intervalo de 20 a 200 m/s .
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el trihidróxido de aluminio contenido en la mezcla bruta tiene en la unidad de secado por molienda un tiempo de permanencia promedio en el intervalo de 0,01 a 1 segundo.
- 20 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que las etapas i), ii) y iii) discurren simultáneamente y el procedimiento se realiza de manera continua.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el flujo de aire caliente en la unidad de molienda forma un flujo turbulento con un índice de Reynolds superior a 3000.

Figura 1 *X = diámetro de grano promedio, d50 (μm);*
Y = histograma (x10);
Círculos = ejemplo 1 de acuerdo con la invención;
Estrellas = ejemplo de comparación 2;
Triángulos = ejemplo de comparación 1

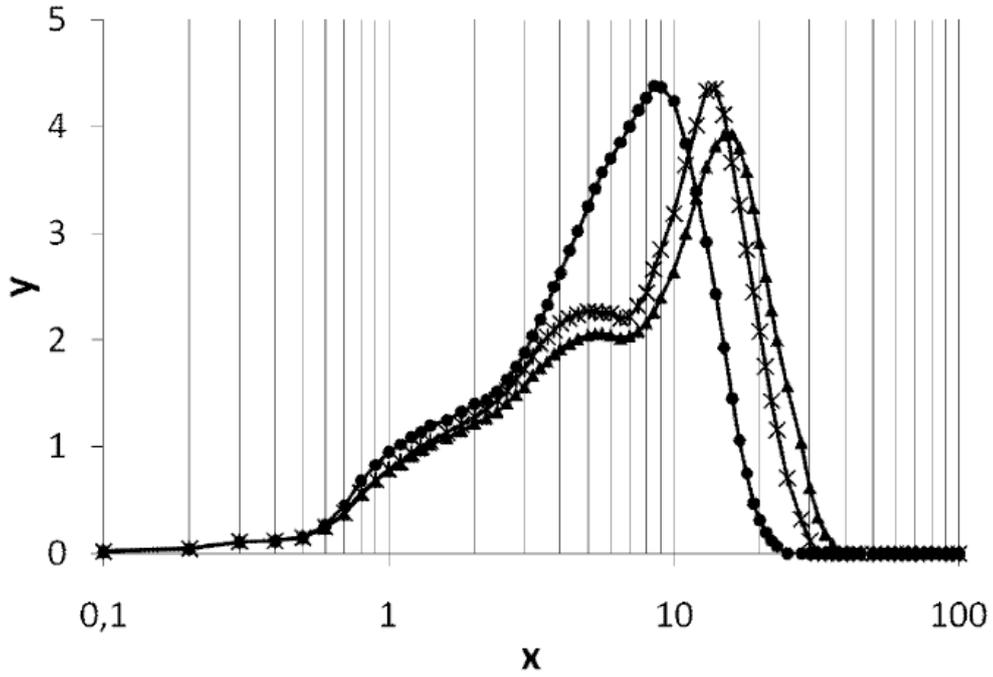


Figura 2 $X = \text{grado de carga en phr (partes de trihidróxido de aluminio por 100 partes de resina)}$;
 $Y = \text{aumento de la viscosidad relativa (sin unidad)}$;
 $(Y = (\text{viscosidad de resina cargada})/(\text{viscosidad de resina no cargada}))$
 Círculos = ejemplo 1 de acuerdo con la invención
 Triángulos = ejemplo de comparación 1
 Cuadrados = ejemplo de comparación 2

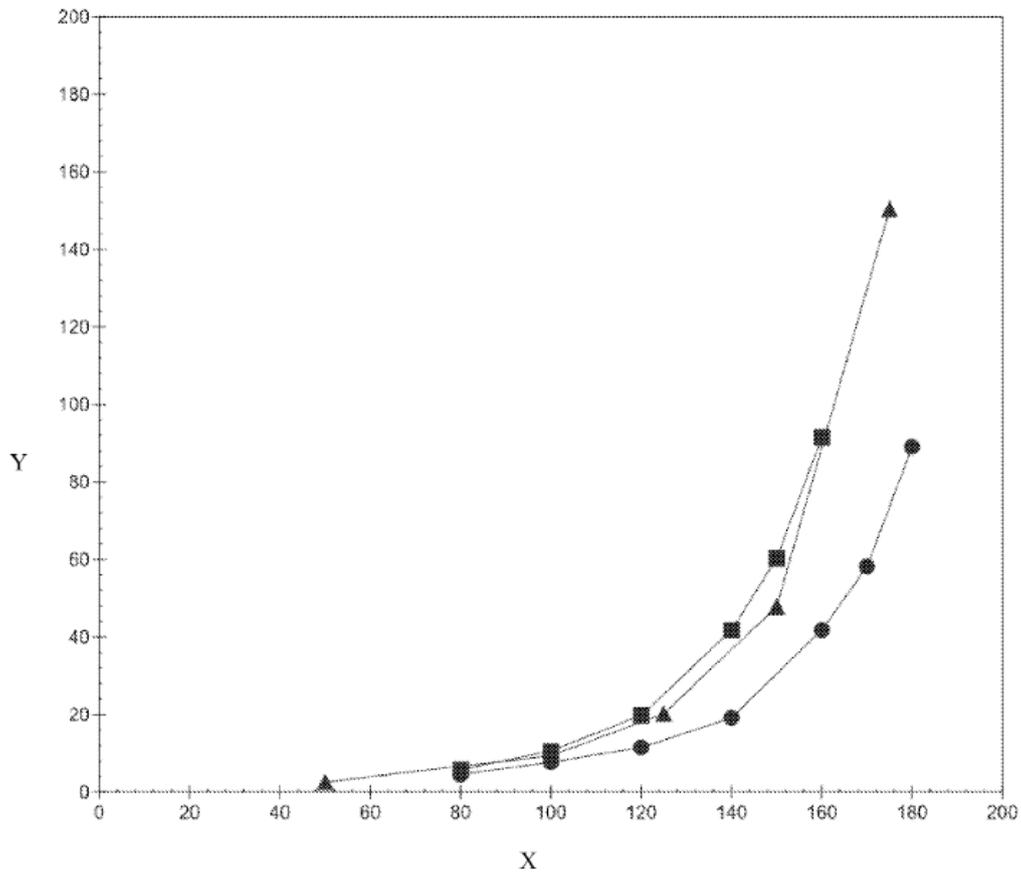


Figura 3 $X = \text{grado de carga en phr (partes de trihidróxido de aluminio por 100 partes de resina)}$;
 $Y = \text{aumento de la viscosidad relativa (sin unidad)}$;
 $(Y = (\text{viscosidad de resina cargada})/(\text{viscosidad de resina no cargada}))$
 Círculos = ejemplo de comparación 3
 Triángulos = ejemplo 2 de acuerdo con la invención

