

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 677 151**

51 Int. Cl.:

**C08K 9/04** (2006.01)

**C01F 5/22** (2006.01)

**C08L 101/00** (2006.01)

**C09K 21/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.08.2013 PCT/JP2013/071754**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.08.2014 WO14128993**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.08.2013 E 13875907 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.04.2018 EP 2960283**

54 Título: **Agente retardante de llama, composición de retardante de llama y artículo moldeado**

30 Prioridad:

**19.02.2013 JP 2013030181**

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

**30.07.2018**

73 Titular/es:

**KONOSHIMA CHEMICAL CO., LTD. (100.0%)  
3-15 Awaza 1-chome Nishi-ku  
Osaka-shi, Osaka 550-0011, JP**

72 Inventor/es:

**MATSUI,SEIJI**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 677 151 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**

Agente retardante de llama, composición de retardante de llama y artículo moldeado

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un retardante de llama, a una composición de retardante de llama y a un cuerpo conformado.

10 Técnica anterior

Hasta el momento, se han usado ampliamente los retardantes de llama que contienen halógeno, que se preparan principalmente a partir de un haluro orgánico (principalmente, bromuro), con el fin de conferir retardancia de llama a cuerpos conformados preparados a partir de materiales poliméricos orgánicos, tales como productos de plástico o fibras sintéticas. Los retardantes de llama que contienen halógeno tienen un excelente efecto retardante de llama; sin embargo, el gas halógeno generado mediante la descomposición en un proceso de conformado puede corroer la máquina de conformado y procesamiento o puede producir un efecto adverso sobre las propiedades físicas del propio cuerpo conformado. Por tanto, como alternativa a esto, se han desarrollado los denominados retardantes de llama del tipo sin halógeno de diversos tipos.

20 El hidróxido de magnesio es una sustancia inorgánica no venenosa, no contiene halógeno y es respetuosa con el medio ambiente. Por tanto, esta sustancia se ha usado ampliamente como un retardante de llama típico del tipo sin halógeno. Teniendo en cuenta que el hidróxido de magnesio es una sustancia inorgánica, puede usarse un tensioactivo junto con el mismo para alcanzar, por ejemplo, una mejora de esta sustancia en cuanto a la dispersabilidad en materiales poliméricos inorgánicos (Documento de patente 1) y las partículas de hidróxido de magnesio se someten a un tratamiento en superficie con un tensioactivo y, después, pueden usarse las partículas sometidas al tratamiento en superficie (Documento de patente 2).

25 Documentos de la técnica anterior

30 DOCUMENTOS DE PATENTE

Documento de patente 1: JP-A-S60-110738

Documento de patente 2: JP-B-S60-57457

35 El documento WO 2008/004133 A1 desvela un hidróxido de magnesio que tiene la superficie revestida con agentes de revestimiento de superficie seleccionados entre ácidos grasos, (organo)alquilsilanos y organo titanatos, aplicándose dichos agentes de revestimiento durante una etapa de molienda.

40 El documento EP 1942173 A1 desvela un retardante de llama que incluye hidróxido de magnesio que tiene una superficie específica BET de 1 a 20 m<sup>2</sup>/g y un diámetro de partícula promedio de 1,2 μm, estando la superficie de las partículas revestida con agentes de revestimiento de superficie seleccionados entre ácidos grasos, ácidos grasos superiores y agentes de acoplamiento.

45 El documento WO 2007/249756 A1 desvela un material compuesto polimérico que contiene de 29 a 75 partes en peso de una sustancia termoplástica y de 75 a 25 partes en peso de partículas de hidróxido de magnesio que tienen una superficie específica BET inferior a 25 m<sup>2</sup>/g y un diámetro de partícula promedio de aproximadamente 1 μm.

50 Sumario de la invención

Problemas que debe resolver la invención

55 Sin embargo, con respecto a los retardantes de llama convencionales basados en hidróxido de magnesio sometidos a tratamiento en superficie, el nivel o grado al que se realiza el tratamiento en superficie (es decir, el nivel del tratamiento en superficie) es insuficiente. Por consiguiente, los retardantes de llama pueden no ser buenos en cuanto a la trabajabilidad, cuando cada uno se mezcla con un material polimérico orgánico, o en cuanto a las propiedades del material de un producto amasado a obtener.

60 Por tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un retardante de llama que sea bueno en cuanto a la dispersabilidad en un material polimérico orgánico y no degrade, incluso después de mezclarse con un material polimérico orgánico, las propiedades del material del mismo; una composición de retardante de llama; y un cuerpo conformado.

## Medios para resolver los problemas

El presente inventor ha realizado repetidamente investigaciones entusiastas sobre la forma de las partículas de hidróxido de magnesio y el estado de tratamiento en superficie de las mismas para descubrir que los problemas mencionados anteriormente pueden resolverse mediante el tratamiento en superficie de las partículas de hidróxido de magnesio que tienen una forma de partícula predeterminada. La presente invención se ha logrado basándose en este hallazgo.

El retardante de llama de la presente invención incluye partículas de hidróxido de magnesio sometidas a un tratamiento en superficie, satisfaciendo las partículas los siguientes (A) a (D):

(A) un tamaño de partícula promedio es de 2  $\mu\text{m}$  o inferior de acuerdo con un método de difracción láser;

(B) un área superficial específica BET es de 3 a 15  $\text{m}^2/\text{g}$ ;

(C) un grado de monodispersión es del 50 % o superior, estando representado el grado de monodispersión por la siguiente ecuación:

$$\text{Grado de monodispersión (\%)} = (\text{tamaño de partícula primaria promedio } [\mu\text{m}] \text{ de las partículas de acuerdo con la observación de SEM/tamaño de partícula promedio } [\mu\text{m}] \text{ de las partículas de acuerdo con el método de difracción láser}) \times 100; \text{ y}$$

(D) justo después se añade gota a gota 1 ml de una solución 0,1 M de ácido nítrico a una velocidad de goteo de 0,1 ml/minuto a una suspensión obtenida mediante la adición de 1,0 g del retardante de llama a 100 ml de una solución mixta acuosa que contiene el 0,1 % en peso de cada uno de Triton X-100 como agente humectante y perclorato de litio como electrolito, siendo el pH de la solución 9,0 o inferior de acuerdo con una titulación potenciométrica.

En el retardante de llama, el hidróxido de magnesio satisface simultáneamente los requisitos específicos (A) a (D); por tanto, el tratamiento en superficie de las partículas de hidróxido de magnesio se realiza al nivel de las partículas primarias. Esto hace posible que el retardante de llama sea excelente en cuanto a la dispersabilidad en un material polimérico orgánico y garantiza, incluso después de combinarse con un material polimérico orgánico, unas buenas propiedades sin degradar las propiedades del material del mismo.

Con respecto al requisito (A), si el tamaño de partícula promedio de acuerdo con un método de difracción láser es superior a 2  $\mu\text{m}$ , el retardante de llama se degrada en cuanto a la dispersabilidad en un material polimérico orgánico (y en un cuerpo conformado posteriormente obtenido), de manera que la energía necesaria para el amasado puede aumentar, o el cuerpo conformado a obtener puede degradarse en cuanto al alargamiento por tracción. Con respecto al requisito (B), si el área superficial específica BET es superior a 15  $\text{m}^2/\text{g}$ , el retardante de llama es susceptible de agregarse cuando se combina con un material polimérico orgánico. Por tanto, el retardante de llama se degrada en cuanto a la dispersabilidad en el material polimérico orgánico (o en un cuerpo conformado), de manera que el cuerpo conformado se degrada en cuanto al alargamiento por tracción. Por el contrario, si el área superficial específica BET es inferior a 3  $\text{m}^2/\text{g}$ , se degrada la retardancia de llama. Con respecto al requisito (C), si el grado de monodispersión es inferior al 50 %, las partículas de hidróxido de magnesio están presentes no en un estado de partícula primaria, sino en un estado agregado, de manera que las partículas presentes cerca de los respectivos centros de los agregados se someten de manera insuficiente al tratamiento en superficie. En el caso de intentar mezclar el retardante de llama que contiene los agregados con un material polimérico orgánico, los agregados se hacen chocar mediante el esfuerzo de cizalla generado en el amasado. Por consiguiente, se exponen las partículas de hidróxido de magnesio sometidas de manera insuficiente al tratamiento en superficie. En este momento, las partículas de hidróxido de magnesio sometidas de manera insuficiente al tratamiento en superficie se ponen en contacto con el material polimérico orgánico, de manera que se provoca una reacción no prevista. Por tanto, el cuerpo conformado resultante se degrada en cuanto a las propiedades del material (por ejemplo, el alargamiento por tracción). Con respecto al requisito (D), si el pH de la suspensión es superior a 9,0 después de la titulación de ácido nítrico, el tratamiento en superficie de las partículas de hidróxido de magnesio se vuelve insuficiente. También en este caso, las partículas de hidróxido de magnesio se ponen en contacto con el material polimérico orgánico, de manera que se provoca una reacción no prevista. Por tanto, el cuerpo conformado resultante se degrada en cuanto a las propiedades del material (por ejemplo, el alargamiento por tracción). En la presente memoria descriptiva, con respecto al tamaño de partícula primaria promedio de acuerdo con la observación de SEM, el tamaño de partícula promedio de acuerdo con el método de difracción láser, el área superficial específica BET y la titulación potenciométrica, un método para la medición de cada una de estas propiedades es de acuerdo con un método descrito en los Ejemplos, que se describirá más adelante.

En el retardante de llama, se prefiere que el tratamiento en superficie se realice mediante el uso de al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos grasos superiores, sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores, agentes de acoplamiento, ésteres preparados a partir de un ácido graso y un alcohol polihídrico y fosfatos preparados a partir de ácido fosfórico y un alcohol superior. Esto hace posible mejorar las partículas de hidróxido de magnesio, adicionalmente, en cuanto a la dispersabilidad en el material polimérico orgánico (y en el cuerpo conformado).

En el retardante de llama, se prefiere que el tratamiento en superficie se realice mediante un método en húmedo. Cuando el tratamiento en superficie de las partículas de hidróxido de magnesio se realiza mediante un método en húmedo, el tratamiento en superficie se puede lograr al nivel de partículas primarias, de manera que el retardante de llama se puede potenciar en cuanto a la dispersabilidad y, adicionalmente, el cuerpo moldeado se puede restringir de manera más eficaz para que no se degrade en cuanto a las propiedades.

Otro aspecto de la presente invención es una composición de retardante de llama, que incluye un material polimérico orgánico y el retardante de llama en una cantidad de 5 a 500 partes en masa basado en 100 partes en masa del material polimérico orgánico. Puesto que la composición de retardante de llama incluye el retardante de llama bueno en cuanto a la dispersabilidad y el estado de tratamiento en superficie, la composición puede presentar una retardancia de llama suficiente. Adicionalmente, un cuerpo conformado se restringe para que no se degrade en cuanto a las propiedades, de manera que el cuerpo conformado pueda garantizar las propiedades deseadas.

Aún otro aspecto de la presente invención es un cuerpo conformado obtenido mediante el uso de la composición de retardante de llama.

#### Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es una fotografía de SEM de un retardante de llama del Ejemplo 1 de la presente invención; la Figura 2 es una fotografía de SEM de un retardante de llama del Ejemplo comparativo 3 de la presente invención; y la Figura 3 es un gráfico de curvas de titulación que muestra los respectivos resultados de las titulaciones potenciométricas de los retardantes de llama en los Ejemplos de la presente invención.

#### Modos para llevar a cabo la invención

Una realización de la presente invención se describirá a continuación en el presente documento. Un retardante de llama de la realización incluye partículas de hidróxido de magnesio sometidas a un tratamiento en superficie, satisfaciendo las partículas los siguientes (A) a (D): (A) un tamaño de partícula promedio es de 2  $\mu\text{m}$  o inferior de acuerdo con un método de difracción láser (en lo sucesivo en el presente documento, la expresión "tamaño de partícula promedio de acuerdo con un método de difracción láser" puede denominarse simplemente "tamaño de partícula promedio"); (B) un área superficial específica BET es de 3 a 15  $\text{m}^2/\text{g}$ ; (C) un grado de monodispersión es del 50 % o superior, estando representado el grado de monodispersión por la siguiente ecuación: Grado de monodispersión (%) = (tamaño de partícula primaria promedio [ $\mu\text{m}$ ] de las partículas de acuerdo con la observación de SEM/tamaño de partícula promedio [ $\mu\text{m}$ ] de las partículas de acuerdo con el método de difracción láser) x 100 (la expresión "tamaño de partícula primaria promedio de acuerdo con una observación de SEM" puede denominarse simplemente "tamaño de partícula primaria promedio"); y (D) justo después se añade gota a gota 1 ml de una solución 0,1 M de ácido nítrico a una velocidad de goteo de 0,1 ml/minuto a una suspensión obtenida mediante la adición de 1,0 g del retardante de llama a 100 ml de una solución mixta acuosa que contiene el 0,1 % en peso de cada uno de un agente humectante y un electrolito, siendo el pH de la solución 9,0 o inferior de acuerdo con una titulación potenciométrica. Puesto que el presente retardante de llama contiene las partículas de hidróxido de magnesio sometidas a un tratamiento en superficie que satisfacen el (A) a (D), el retardante de llama es excelente en cuanto a la dispersabilidad en un material polimérico orgánico mediante el tratamiento en superficie al nivel de las partículas primarias. Adicionalmente, el retardante de llama puede proporcionar un cuerpo conformado que presente las propiedades deseadas.

#### [(A) Tamaño de partícula promedio de acuerdo con un método de difracción láser]

Resulta suficiente que el límite superior del tamaño de partícula promedio de las partículas de hidróxido de magnesio sea de 2  $\mu\text{m}$ . El límite superior es preferentemente de 1,5  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 1,2  $\mu\text{m}$ . Por el contrario, el límite inferior del tamaño de partícula promedio no está particularmente limitado. El límite inferior es preferentemente de 0,1  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 0,3  $\mu\text{m}$ , desde el punto de vista de la prevención de la agregación. Cuando el tamaño de partícula promedio de las partículas de hidróxido de magnesio se establece en el intervalo, las partículas de hidróxido de magnesio presentan una dispersabilidad suficiente para proporcionar retardancia de llama al retardante de llama y pueden restringirse, adicionalmente, para que no se agreguen, de manera que el tratamiento en superficie de cada partícula se puede realizar a un nivel satisfactorio.

#### [(B) Área superficial específica BET]

El área superficial específica BET de las partículas de hidróxido de magnesio no está particularmente limitada, por lo que esta área superficial varía de 3 a 15  $\text{m}^2/\text{g}$ . El área superficial específica BET varía, preferentemente, de 4 a 10  $\text{m}^2/\text{g}$ , más preferentemente de 5 a 8  $\text{m}^2/\text{g}$ . Cuando el área superficial específica BET se establece en el intervalo, las partículas de hidróxido de magnesio pueden permitir que el retardante de llama garantice la retardancia de llama y pueden restringirse, adicionalmente, para que no se agreguen para mejorarse en cuanto a la dispersabilidad y el nivel de tratamiento en superficie. Como resultado, puede obtenerse una composición de retardante de llama y un cuerpo conformado que tengan las propiedades deseadas.

## [(C) Grado de monodispersión]

El grado de monodispersión de las partículas de hidróxido de magnesio es un índice que representa la proporción de las partículas de hidróxido de magnesio mantenidas en el estado de partículas primarias con respecto a las partículas de hidróxido de magnesio totales. A medida que el grado de monodispersión es superior, una mayor proporción de las partículas de hidróxido de magnesio está presente en la forma de partículas primarias. A medida que el grado de monodispersión es inferior, una mayor proporción de las partículas de hidróxido de magnesio está presente en la forma de partículas secundarias, en las que se agregan las partículas primarias. En la medición del grado de monodispersión, se usa la siguiente relación: la relación entre el tamaño de partícula primaria promedio de acuerdo con la observación de SEM y el tamaño de partícula promedio de acuerdo con el método de difracción láser. Esto se debe a que cualquier observación de SEM es adecuada para la medición de los tamaños de partículas primarias de las partículas y cualquier método de difracción láser es adecuado para la medición del tamaño de partícula promedio de las mismas (el promedio de los tamaños de partículas mixtas de los tamaños de partículas primarias y los tamaños de partículas secundarias de los mismos).

El grado de monodispersión no está particularmente limitado, por lo que el límite inferior del grado es del 50 %. El límite inferior es preferentemente del 55 %, más preferentemente del 60 %. Cuando el grado de monodispersión se establece en el intervalo, las partículas de hidróxido de magnesio pueden mantenerse en el estado de partículas primarias para preparar un retardante de llama bueno en cuanto a la dispersabilidad y el estado de tratamiento en superficie. Aunque el límite superior del grado de monodispersión es, preferentemente, del 100 %, el límite superior puede ser del 90 % o inferior debido a las restricciones físicas.

## [(D) pH después de la titulación de ácido nítrico]

El pH de la suspensión de retardante de llama después de la titulación de ácido nítrico se usa como un índice que representa el estado de tratamiento en superficie de las partículas de hidróxido de magnesio en la suspensión (véase la patente japonesa n.º 4634671). Específicamente, las partículas de hidróxido de magnesio presentan alcalinidad; cuando las partículas no se someten a un tratamiento en superficie, una reacción de ácido-base avanza entre las partículas de hidróxido de magnesio y el ácido nítrico, de manera que se mantiene un valor de pH alto; sin embargo, cuando las partículas se someten a un tratamiento en superficie, la reacción de ácido-base se restringe o inhibe, de manera que se disminuye gradualmente el pH. Por tanto, mediante la medición del pH de la suspensión después de la titulación de ácido nítrico, puede realizarse una estimación del nivel de tratamiento en superficie (o revestimiento en superficie) de las partículas de hidróxido de magnesio.

En la presente invención, las partículas de hidróxido de magnesio se pueden transformar en el estado en el que las partículas se someten a tratamiento en superficie al nivel de las partículas primarias mediante el ajuste del pH de la suspensión que contiene retardante de llama después de la titulación de nitración a 9,0 o menos. Como resultado, también cuando el retardante de llama se combina con un material polimérico orgánico, se restringe una reacción prevista entre el retardante de llama y el material polimérico orgánico, de manera que se puede evitar que el material polimérico orgánico se degrade en cuanto a las propiedades. Resulta suficiente que el pH después de la titulación de ácido nítrico sea de 9,0 o menos. El pH es preferentemente de 8,5 o menos, más preferentemente de 8,0 o menos. A medida que el límite inferior del pH es más cercano a 3,0, cuando permanece toda la cantidad añadida gota a gota de ácido nítrico, este se prefiere más. Sin embargo, el límite inferior puede ser de 3,5.

## [Método para la producción de partículas de hidróxido de magnesio]

Las partículas de hidróxido de magnesio se producen, típicamente, tal como sigue: se prepara una solución acuosa de cloruro de sodio o un hidrato del mismo y a la misma se añade un álcali (tal como una solución acuosa de hidróxido de sodio) para producir una suspensión. Posteriormente, esta suspensión se somete a un tratamiento hidrotérmico para producir una suspensión espesa. A continuación, la suspensión espesa se filtra, se lava y se seca. De este modo, pueden producirse las partículas de hidróxido de magnesio deseadas. Cuando un tratamiento en superficie, que es una etapa posterior, se realiza mediante un método en húmedo, se prefiere filtrar y lavar la suspensión espesa sometida al tratamiento hidrotérmico, devolver el filtrado resultante nuevamente al agua pura para transformarse en una suspensión espesa de hidróxido de magnesio y, después, añadir un agente para el tratamiento en superficie a la suspensión espesa. El tratamiento hidrotérmico puede realizarse entre 100 y 250 °C con agitación en un recipiente de calentamiento resistente a la presión conocido, tal como un autoclave, durante aproximadamente 1 a 10 horas.

## [Tratamiento en superficie]

Las partículas de hidróxido de magnesio contenidas en el retardante de llama de la presente invención se someten a tratamiento en superficie. Un agente para el tratamiento en superficie puede ser un compuesto conocido usado para un fin de tratamiento en superficie. El tratamiento en superficie se realiza, preferentemente, mediante el uso de al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos grasos superiores, sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores, agentes de acoplamiento, ésteres preparados a partir de un ácido graso y un alcohol polihídrico y fosfatos preparados a partir de ácido fosfórico y un alcohol superior. Esto hace posible mejorar las

partículas de hidróxido de magnesio en cuanto a la dispersabilidad en el material polimérico orgánico (o un cuerpo conformado) y mantener o mejorar las propiedades de la composición de retardante de llama y el cuerpo conformado obtenido mediante la mejora en cuanto a la dispersabilidad. Un tensioactivo es útil como agente de tratamiento en superficie.

5

(Ácidos grasos superiores y sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores)

Los ejemplos de los ácidos grasos superiores incluyen ácidos grasos superiores que tienen, cada uno, 10 o más átomos de carbono, tales como ácido esteárico, ácido erúxico, ácido palmítico, ácido láurico y ácido behénico. Se prefiere el ácido esteárico desde el punto de vista de la dispersabilidad y la capacidad de manejo. Los ejemplos de las sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores incluyen sales de metales alcalinos de los ácidos grasos superiores mencionados anteriormente. El metal alcalino es, preferentemente, litio, sodio, potasio o similares. Se prefieren las sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores desde el punto de vista de la dispersabilidad. De estas sales, se prefiere más el estearato de sodio. Estos ácidos o sales pueden usarse solos o en cualquier combinación de dos o más de los mismos.

15

(Agentes de acoplamiento)

Los ejemplos de los agentes de acoplamiento incluyen agentes de acoplamiento basados en silano, tales como  $\gamma$ -glicidoxipropiltrimetoxisilano,  $\beta$ -(3,4-epoxiciclohexil)etiltrimetoxisilano,  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxisilano,  $\gamma$ -metacriloxipropiltriethoxisilano,  $\gamma$ -acriloxipropilmetil dimetoxisilano, viniltriethoxisilano, viniltriacetoxisilano, p-trimethoxisililestireno, p-triethoxisililestireno, p-trimethoxisilil- $\alpha$ -metilestireno, p-triethoxisilil- $\alpha$ -metilestireno, 3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropiltriethoxisilano, N-2-(aminoetil)-3-aminopropilmetildimetoxisilano, N-2-(aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-2-(aminoetil)-3-aminopropiltriethoxisilano, N-fenil-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-fenil-3-aminopropiltriethoxisilano, N-propil-3-aminopropiltrimetoxisilano, 4-aminobutiltrimetoxisilano y deciltrimetoxisilano; agentes de acoplamiento basados en titanato, tales como titanato de isopropiltriisosteatoilo, titanato de isopropiltris(dioctilpirofosfato), titanato de isopropiltri(N-aminoetil-aminoetilo) y titanato de isopropiltridecibencenosulfonilo; y agentes de acoplamiento basados en aluminio, tales como diisopropionato de acetoalcoxialuminio. Estos agentes de acoplamiento pueden usarse solos o en cualquier combinación de dos o más de los mismos.

20

25

30

(Ésteres preparados a partir de ácido graso y alcohol polihídrico)

Los ejemplos de los ésteres preparados a partir de un ácido graso y un alcohol polihídrico incluyen ésteres preparados a partir de un alcohol polihídrico, tal como monoestearato de glicerina o monooleato de glicerina, y un ácido graso; y similares. Los ejemplos de los fosfatos incluyen un monoéster preparado a partir de ácido ortofosfórico y alcohol oleílico, alcohol estearílico o similares, un diéster preparado a partir de los mismos o una mezcla de los dos ésteres. El monoéster, el diéster o la mezcla pueden ser un fosfato en una forma de ácido o en la forma de una sal de metal alcalino, una sal de amino o similares.

35

40

(Fosfatos preparados a partir de ácido fosfórico y alcohol superior)

Los ejemplos de los fosfatos preparados a partir de ácido fosfórico y un alcohol superior incluyen un monoéster preparado a partir de ácido ortofosfórico y alcohol oleílico, alcohol estearílico o similares, un diéster preparado a partir de los mismos o una mezcla de los dos ésteres. El monoéster, el diéster o la mezcla pueden ser un fosfato en una forma de ácido o en la forma de una sal de metal alcalino, una sal de amino o similares.

45

(Tensioactivo)

Los ejemplos preferidos del tensioactivo incluyen tensioactivos aniónicos, tensioactivos catiónicos, tensioactivos anfóteros y tensioactivos no iónicos.

50

(Tensioactivos aniónicos)

Los ejemplos de los tensioactivos aniónicos incluyen sales de alquilsulfato, tales como laurilsulfato de sodio, sulfato de alcohol superior de sodio y laurilsulfato de trietanolamina; sales de alquilbencenosulfato, tales como dodecibencenosulfato de sodio; sales de alquilnaftalenosulfato, tales como alquilnaftalenosulfato de sodio; sales de alquilsulfosuccinato, tales como dialquilsulfosuccinato de sodio; sales de alquildifenil éter disulfato, tales como alquildifenil éter disulfato de sodio; sales de alquifosfato, tales como alquifosfato de potasio; sales de polioxietilén alquil (o alquilalil) sulfato, tales como polioxietilén lauril éter sulfato de sodio, polioxietilén alquil éter sulfato de sodio, polioxietilén alquil éter sulfato de trietanolamina y polioxietilén alquilfenil éter sulfato de sodio; y similares.

55

60

(Tensioactivos catiónicos y tensioactivos anfóteros)

Los ejemplos de los tensioactivos catiónicos y los tensioactivos anfóteros incluyen sales de alquilamina, tales como acetato de amina de coco y acetato de estearilamina; sales de amonio cuaternario, tales como cloruro de

65

lauriltrimetilamonio, cloruro de esteariltrimetilamonio, cloruro de cetiltrimetilamonio, cloruro de diestearildimetilamonio y cloruro de alquilbencildimetilamonio; alquilbetaínas, tales como laurilbetaína, estearilbetaína y betaína de laurilcarboximetilhidroxietilimidazolinio; óxidos de amina, tales como óxido de laurildimetilamina; y similares.

#### 5 (Tensioactivos no iónicos)

Los ejemplos de los tensioactivos no iónicos incluyen polioxietilen alquil éteres, tales como polioxietilen lauril éter, polioxietilen cetil éter, polioxietilen estearil éter, polioxietilen oleil éter y éter de alcohol superior de polioxietileno; polioxietilen alquilaril éteres, tales como polioxietilen nonilfenil éter; derivados de polioxietileno; ésteres de ácidos grasos de sorbitán, tales como monolaurato de sorbitán, monopalmitato de sorbitán, monoestearato de sorbitán, triestearato de sorbitán, monooleato de sorbitán, trioleato de sorbitán, sesquioleato de sorbitán y diestearato de sorbitán; ésteres de ácidos grasos de polioxietilen sorbitán, tales como monolaurato de polioxietilen sorbitán, monolaurato de polioxietilen sorbitán, monopalmitato de polioxietilen sorbitán, monoestearato de polioxietilen sorbitán, triestearato de polioxietilen sorbitán, monooleato de polioxietilen sorbitán y trioleato de polioxietilen sorbitán; ésteres de ácidos grasos de polioxietilen sorbitol, tales como tetraoleato de polioxietilen sorbitol; ésteres de ácidos grasos de glicerina, tales como monoestearato de glicerol, monooleato de glicerol y monoestearato de glicerol autoemulsionante; ésteres de ácidos grasos de polioxietileno, tales como monolaurato de polietilen glicol, monoestearato de polietilen glicol, diestearato de polietilen glicol y monooleato de polietilen glicol; alquilaminas de polioxietileno; aceite de ricino endurecido con polioxietileno; y alquilalcanolamidas.

#### 20 (Método de tratamiento en superficie)

Con el fin de realizar el tratamiento en superficie de las partículas de hidróxido de magnesio con tal agente de tratamiento en superficie, resulta útil un método en húmedo conocido. Puede adoptarse un tratamiento en superficie basado en un método en seco conocido, por lo que puede lograrse un nivel de tratamiento en superficie deseado. En el método en húmedo, resulta suficiente añadir un agente de tratamiento en superficie en una forma de solución o solución a una suspensión espesa de hidróxido de magnesio producida mediante el método mencionado anteriormente para la producción de partículas de hidróxido de magnesio y, después, mezclar estos componentes de manera mecánica entre sí a una temperatura de, por ejemplo, entre aproximadamente 5 y 95 °C. En el método en seco, resulta suficiente añadir un agente de tratamiento en superficie en una forma de líquido, emulsión o sólido a un polvo de hidróxido de magnesio con agitación mediante una mezcladora, tal como una mezcladora Henschel y, después, mezclar estos componentes suficientemente entre sí, al tiempo que los componentes se calientan o no. El tratamiento en superficie se realiza, preferentemente, mediante el método en húmedo desde el punto de vista de la fijabilidad del agente de tratamiento en superficie sobre la superficie de las partículas de hidróxido de magnesio. La cantidad añadida del agente de tratamiento en superficie puede seleccionarse de manera adecuada. Cuando se adopta el método en húmedo, la cantidad varía, preferentemente, del 0,1 al 10 % en masa, más preferentemente del 0,3 al 7 % en masa basándose en el 100 % en masa de las partículas de hidróxido de magnesio, en términos de realizar un tratamiento en superficie suficiente y prevenir la agregación del agente de tratamiento en superficie. Cuando se adopta el método en seco, el estado de tratamiento en superficie alcanzado es susceptible de ser más irregular que cuando se realiza el método en húmedo. Por tanto, resulta aconsejable aumentar la cantidad añadida del agente de tratamiento en superficie hasta cierto punto, en comparación con el método en húmedo. Específicamente, la cantidad varía, preferentemente, del 0,5 al 15 % en masa, más preferentemente del 1 al 10 % en masa basándose en el 100 % en masa de las partículas de hidróxido de magnesio.

45 Las partículas de hidróxido de magnesio sometidas a tratamiento en superficie se someten, opcionalmente, a un procedimiento seleccionado, de manera adecuada, entre lavado con agua, deshidratación, granulación, secado, pulverización, clasificación y similares. De este modo, puede prepararse un producto final (retardante de llama).

#### 50 [Composición de retardante de llama]

La composición de retardante de llama de la presente invención se obtiene combinando de 5 a 500 partes en masa del retardante de llama con 100 partes en masa de un material polimérico orgánico. La cantidad combinada del retardante de llama no está particularmente limitada, por lo que la cantidad se encuentra dentro del intervalo descrito anteriormente. La cantidad combinada es, preferentemente de 20 a 400 partes en masa basado en 100 partes en masa del material polimérico orgánico. Resulta suficiente decidir la cantidad combinada, teniendo en cuenta la retardancia de llama y las propiedades de la composición de retardante de llama.

#### (Material polimérico orgánico)

60 El material polimérico orgánico puede ser cualquier material polimérico orgánico que sea útil, normalmente, en cuerpos conformados. Los ejemplos de los mismos incluyen resinas termoplásticas, resinas termoestables, cauchos sintéticos y otros materiales poliméricos orgánicos sintéticos; cauchos naturales y otros materiales poliméricos orgánicos naturales; y similares.

65

## (Resinas termoplásticas)

Los ejemplos de las resinas termoplásticas incluyen resinas basadas en poliolefinas, tales como polietileno, polipropileno, copolímero de etileno/propileno, polibuteno, poli-4-metilpenteno-1 y otros polímeros y copolímeros de olefina ( $\alpha$ -olefina) C2 a C8; cualquier copolímero preparado a partir de una olefina y un dieno, copolímero de etileno/acrilato, poliestireno, resina ABS, resina AAS, resina AS, resina MBS, copolímero de etileno/cloruro de vinilo, copolímero de etileno/acetato de vinilo, copolímero de etileno/cloruro de vinilo/acetato de vinilo, cloruro de polivinilideno, cloruro de polivinilo, polietileno clorado, polipropileno clorado, copolímero de cloruro de vinilo/propileno, acetato de polivinilo, resina de fenoxi, poliacetal, poliamida, poliimida, policarbonato, polisulfona, óxido de polifenileno, sulfuro de polifenileno, poliésteres, tales como tereftalato de polietileno y tereftalato de polibutileno, resina de silicona, resina metacrílica y similares. De estas resinas termoplásticas, se prefieren las resinas basadas en poliolefinas o los copolímeros basados en olefinas, puesto que los polímeros presentan un efecto retardante de llama alto por las partículas de hidróxido de magnesio y también son excelentes en cuanto a la resistencia mecánica.

## (Resina termoestables)

Los ejemplos de las resinas termoestables incluyen resinas de epoxi, resinas fenólicas, resinas de melamina, resinas de poliéster insaturado, resinas alquídicas, resinas de urea y similares.

## (Cauchos sintéticos)

Los ejemplos de los cauchos sintéticos incluyen EPDM, caucho de butilo, caucho de isopreno, SBR, NBR, polietileno clorosulfonado, NIR, caucho de uretano, caucho de butadieno, caucho acrílico, caucho de silicona, caucho contenido en flúor y similares.

## (Adyuvante de retardante de llama)

Cuando un adyuvante de retardante de llama se combina, adicionalmente, en la composición de retardante de llama de la presente invención, puede reducirse la proporción de las partículas de hidróxido de magnesio combinadas y, adicionalmente, puede mejorarse la composición en cuanto al efecto de retardante de llama. El adyuvante de retardante de llama es, preferentemente, fósforo de color rojo, un polvo de carbono o una mezcla de los mismos. La especie del fósforo de color rojo puede ser una especie común de fósforo de color rojo para retardantes de llama o una especie de fósforo de color rojo que esté revestida con, por ejemplo, una resina termoestable, una poliolefina, un polímero de ácido carboxílico, un óxido de titanio o un condensado de titanio-aluminio. La especie del polvo de carbono puede ser negro de carbono, carbono activado o grafito. El negro de carbono puede prepararse mediante cualquier método seleccionado entre un método de horno de aceite, un método de horno de gas, un método de canal, un método térmico y un método de acetileno.

Cuando se combina el adyuvante de retardante de llama, la cantidad del mismo varía, preferentemente, del 0,5 al 20 % en masa, más preferentemente del 1 al 15 % en masa de la totalidad de la composición de retardante de llama.

## (Otros aditivos)

Los aditivos distintos de los componentes mencionados anteriormente pueden combinarse en la composición de retardante de llama de la presente invención siempre que no se vean afectados los efectos ventajosos de la invención. Los ejemplos de los aditivos incluyen un antioxidante, un agente antiestático, un pigmento, un agente espumante, un plastificante, una carga, un agente de refuerzo, cualquier otro retardante de llama, un agente de reticulación, un estabilizante de la luz, un absorbente de ultravioleta, un lubricante y similares.

## [Cuerpo conformado]

El cuerpo conformado de la presente invención se obtiene mediante el uso de la composición de retardante de llama. El cuerpo conformado de la presente invención puede obtenerse combinando la cantidad predeterminada de las partículas de hidróxido de magnesio con una resina sintética y, después, conformando la composición resultante mediante un método de conformación conocido. Los ejemplos del método de conformación incluyen formación por extrusión, moldeo por inyección, calandrado y similares.

Puesto que el cuerpo conformado de la presente invención contiene las partículas de hidróxido de magnesio predeterminadas mencionadas anteriormente, el cuerpo conformado es excelente en cuanto a la retardancia de llama, las propiedades y el aspecto externo. El cuerpo conformado es útil en diversas aplicaciones para las que se requiere retardancia de llama. Los ejemplos de las aplicaciones incluyen revestimientos de cables eléctricos, carcasas de aparatos electrodomésticos, láminas de papel de pared para material de construcción, materiales aislantes del calor espumantes, esteras, piezas de conector para elementos eléctricos/electrónicos, materiales de sellado para semiconductores, materiales preimpregnados, placas de circuitos de múltiples capas, placas laminadas para placas de circuitos, fibras sintéticas altamente funcionales y similares.

## Ejemplos

En lo sucesivo en el presente documento, la presente invención se describirá con detalle por medio de Ejemplos; sin embargo, la invención no se limita a los Ejemplos descritos más adelante, por lo que la invención no es más allá de la esencia de la misma.

[Producción de retardantes de llama]

(Ejemplo 1)

Se pesó el  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$  de alta pureza como materia prima de magnesio hasta un peso de 480 g en un recipiente de polietileno de 3 l de volumen. Al mismo se añadió 1 l de agua pura y este sistema se agitó para preparar una solución acuosa de  $MgCl_2$ . Al tiempo que se agitaba la solución, se añadieron lentamente a la misma 510 ml de una materia prima de álcali, es decir, una solución acuosa 8,3 N de NaOH (relación en número de moles de  $Mg^{2+}/OH^- = 1/1,8$ ). A la misma se añadió, adicionalmente, agua pura para preparar 2 l de una suspensión. Esta suspensión se dejó fluir en un autoclave, de 3 l de volumen, que tenía una zona de contacto con líquido preparada a partir de Hastelloy C-276. Al tiempo que se agitaba, la suspensión se sometió a un tratamiento hidrotérmico a 140 °C durante 5 horas. Después del tratamiento hidrotérmico, la suspensión espesa se filtró al vacío y, después, se lavó suficientemente con agua pura, cuyo volumen fue al menos 20 veces mayor que el volumen del sólido resultante. Posteriormente, el sólido se devolvió nuevamente al agua pura para preparar una suspensión espesa emulsionada que tenía una concentración de sólidos de  $Mg(OH)_2$  de 10 g/dl. Se tomaron muestras de un litro de esta suspensión espesa emulsionada (correspondiente a una masa sólida de  $Mg(OH)_2$  de 100 g) en un recipiente preparado a partir de SUS 316 de 2 l de volumen. Al tiempo que se agitaba, la suspensión espesa se calentó hasta 80 °C. Posteriormente, a 80 °C, se añadió a la misma una solución de estearato de sodio acuosa ajustada en una concentración del 5 % en masa, de manera que la cantidad, en términos de la masa de ácido esteárico, llegó a ser del 0,6 % en masa con respecto a la masa sólida de  $Mg(OH)_2$ . La suspensión espesa se agitó a 80 °C durante 1 hora para someterse a tratamiento en superficie mediante un método en húmedo. El sistema presente, a continuación, se filtró al vacío, se lavó con agua (volumen: al menos 5 veces la masa del sólido de  $Mg(OH)_2$ ), se secó y se pulverizó para producir un polvo de un retardante de llama.

(Ejemplo 2)

Se produjo un retardante de llama de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto en que en lugar de 510 ml de la solución acuosa 8,3 N de NaOH como materia prima de álcali, se usaron 630 ml de una suspensión espesa de  $Ca(OH)_2$  que tenía una concentración de 25 g/dl, y la solución acuosa de estearato de sodio se añadió de manera que la cantidad, en términos de la masa de ácido esteárico, llegó a ser del 2,5 % en masa con respecto a la masa sólida de  $Mg(OH)_2$ .

(Ejemplo 3)

Se produjo un retardante de llama de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto en que la solución acuosa de estearato de sodio se añadió de manera que la cantidad, en términos de la masa de ácido esteárico, llegó a ser del 2,5 % en masa con respecto a la masa sólida de  $Mg(OH)_2$ .

(Ejemplo comparativo 1)

Se produjo un retardante de llama de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto en que no se realizó ningún tratamiento en superficie.

(Ejemplo comparativo 2)

En una mezcladora Henschel de 20 l de volumen se cargaron 2 kg del polvo de retardante de llama del Ejemplo comparativo 1, que no se sometió a tratamiento en superficie, y 50 g de un polvo de ácido esteárico. La cantidad combinada de ácido esteárico fue del 2,5 % en masa del polvo de retardante de llama. En la mezcladora Henschel, el polvo de retardante de llama se sometió a tratamiento en superficie mediante un método en seco a 100 °C y un número de rotación de 1900 rpm durante 30 minutos para producir un polvo de retardante de llama. De la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto este proceso, se produjo un retardante de llama.

(Ejemplo comparativo 3)

En un recipiente, de 3 l de volumen, preparado a partir de SUS 316, se añadieron 270 g de un polvo de MgO que tenía un área superficial específica BET de 10  $m^2/g$  y 20 g de un sólido de NaOH a 2,4 l de agua pura. Al tiempo que se agitaba, el sistema se calentó hasta 80 °C y se dejó someterse a una reacción de hidratación durante 24 horas. Después de la reacción de hidratación, la suspensión espesa se filtró al vacío y, después, se lavó suficientemente con agua pura, cuyo volumen fue al menos 20 veces mayor que el volumen del sólido resultante. Posteriormente, el sólido se devolvió nuevamente al agua pura para preparar una suspensión espesa emulsionada que tenía una

concentración de sólidos de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  de 10 g/dl. La suspensión espesa se sometió a un tratamiento en superficie mediante un método en húmedo, de manera que la cantidad, en términos de la masa de ácido esteárico, llegó a ser del 2,5 % en masa con respecto a la masa sólida de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . De la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto este proceso, se produjo un retardante de llama.

5

(Ejemplo comparativo 4)

Se pesó el  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  de alta pureza como materia prima de magnesio hasta un peso de 480 g en un recipiente de polietileno de 15 l de volumen. Al mismo se añadió 1 l de agua pura y este sistema se agitó para preparar una solución acuosa de  $\text{MgCl}_2$ . Al tiempo que se agitaba la solución, se añadieron lentamente a la misma 510 ml de una materia prima de álcali, es decir, una solución acuosa 8,3 N de NaOH (relación en número de moles de  $\text{Mg}^{2+}/\text{OH}^- = 1/1,8$ ) para preparar una suspensión de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . Esta suspensión de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  se usó como semilla y, a partir de lo anterior, se añadió a la suspensión una solución acuosa de  $\text{MgCl}_2$  en la que 480 g de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  de alta pureza se disolvieron en 1 l de agua pura. Asimismo, al tiempo que se agitaba la solución, se añadieron lentamente a la misma 510 ml de una solución acuosa 8,3 N de NaOH. Posteriormente, la solución se agitó durante 5 minutos para realizar una primera reacción del cristal de semilla. Tal reacción del cristal de semilla se repitió 8 veces en total. La suspensión espesa, después de la reacción del cristal de semilla, se realizó 8 veces, se filtró al vacío y, después, se lavó suficientemente con agua pura, cuyo volumen fue al menos 20 veces mayor al volumen del sólido resultante. Posteriormente, el sólido se devolvió nuevamente al agua pura para preparar una suspensión espesa emulsionada que tenía una concentración de sólidos de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  de 10 g/dl. La suspensión espesa emulsionada se sometió a un tratamiento en superficie mediante un método en húmedo, de manera que la cantidad, en términos de la masa de ácido esteárico, llegó a ser del 2,5 % en masa con respecto a la masa sólida de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . De la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto este proceso, se produjo un retardante de llama.

10

15

20

25

[Análisis y evaluaciones de los retardantes de llama]

Con respecto a cada uno de los retardantes de llama obtenidos en los Ejemplos y los Ejemplos comparativos, se realizaron los análisis y las evaluaciones descritos a continuación. Los resultados se muestran en la Tabla 1 descrita más adelante.

30

(1) Medición del tamaño de partícula promedio

35

En un vaso de precipitados de 100 ml de volumen se colocaron 50 ml de etanol y a esto se añadieron aproximadamente 0,2 g del polvo del retardante de llama. El sistema se sometió a un tratamiento ultrasónico durante 3 minutos para preparar una dispersión líquida. Se usó un medidor de difracción láser/distribución de tamaño de partícula (Microtrac HRA, modelo 9320-X100, fabricado por NIKKISO CO., LTD.) para medir esta dispersión líquida preparada para dar el valor  $D_{50}$  de la misma en volumen como tamaño de partícula promedio [ $\mu\text{m}$ ].

40

(2) Medición del área superficial específica BET

Se usó un medidor de área superficial específica BET ( $\beta$  sorb, modelo 4200, fabricado por NIKKISO CO., LTD.) para medir el área superficial específica BET del retardante de llama.

45

(3) Medición del grado de monodispersión

50

Se usó un microscopio electrónico de barrido (SEM) (S-23620 N, fabricado por Hitachi Ltd.) para sacar una fotografía de una imagen de partículas del polvo de retardante de llama con aumentos de 10000. La Figura 1 es una fotografía de SEM del retardante de llama del Ejemplo 1 y la Figura 2 es una fotografía de SEM del mismo del Ejemplo comparativo 3. Se usó un software de análisis de imágenes para seleccionar, al azar, 50 de las partículas primarias de cada uno de los retardantes de llama individuales y, después, se promediaron los respectivos diámetros más largos de las partículas primarias. El grado de monodispersión se calculó de acuerdo con la siguiente ecuación:

55

$$\text{Grado de monodispersión (\%)} = (\text{promedio } [\mu\text{m}] \text{ de los respectivos diámetros más largos de 50 partículas primarias, obteniéndose los diámetros mediante análisis de imágenes}) / (\text{tamaño de partícula promedio } [\mu\text{m}] \text{ ganado mediante el método de difracción láser}) \times 100$$

(4) Evaluación del estado de tratamiento en superficie de las partículas mediante titulación potenciométrica

60

Se recogió un volumen de 100 ml a partir de una solución mixta acuosa que contenía el 0,1 % en peso de Triton X-100 como agente humectante y el 0,1 % en peso de perclorato de litio como electrolito. A este se añadió 1,0 g del polvo de retardante de llama. Se usó una mezcladora de dispersión para someter la mezcla a un tratamiento de dispersión a 800 rpm durante 10 minutos para preparar una suspensión. Al tiempo que se burbujeaba esta suspensión con gas de nitrógeno a 25 °C, se usaba un dispositivo de titulación automática (AT-400, fabricado por Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd.) para añadir gota a gota una solución acuosa 0,1 M de  $\text{HNO}_3$  a la misma a una velocidad de 0,1 ml/minuto. Se usó un electrodo de vidrio para medir el pH de la solución titulada a 25 °C para obtener una curva de titulación. La curva de titulación de cada uno de los Ejemplos 1 y 3 y los Ejemplos

65

## ES 2 677 151 T3

comparativos 1 a 3 se muestra en la Figura 3. Una reacción de ácido-base relacionada con la titulación es tal como se describe a continuación. El agente de tratamiento en superficie sobre las superficies de partículas de  $Mg(OH)_2$  se refleja en la curva de titulación en el estado en el que el agente altera esta reacción.



### (5) Ensayo de amasado en estado fundido

10 Una resina de EEA (copolímero de etileno/acrilato de etilo) (A-1150, fabricada por Japan Polyethylene Corporation) se usó como resina de poliolefina. A 100 partes en masa de la resina de EEA se añadieron 100 partes en masa del polvo de retardante de llama y estas se amasaron en estado fundido a 150 °C en un molino Laboplast (fabricado por Toyo Seiki Kogyo Co., Ltd.) durante 5 minutos. En el amasado, se midió el par estacionario de los componentes amasados. Cuando este par de amasado era de 4,5 kgf m o menos como valor diana, se consideraba que el retardante de llama era bueno. Cuando el par era superior a 4,5 kgf m, se consideraba que el retardante de llama era malo.

### (6) Ensayo de tracción

20 El producto amasado producido en el artículo "(5) Ensayo de amasado en estado fundido" se prensó y conformó a 150 °C para formar un cuerpo conformado de lámina que tenía un espesor de 2 mm. Este cuerpo conformado de lámina se perforó en una forma de pesa. La pieza de ensayo resultante se usó para realizar un ensayo de tracción de acuerdo con JIS K 7113. Cuando la resistencia a la tracción resultante era de 0,80 kgf/mm<sup>2</sup> o más como valor diana, se consideraba que el retardante de llama era bueno. Cuando la resistencia a la tracción era menor de 0,80 kgf/mm<sup>2</sup>, se consideraba que el retardante de llama era malo. Cuando el alargamiento a la tracción resultante era del 700 % o más como valor diana, se consideraba que el retardante de llama era bueno. Cuando el alargamiento a la tracción era menor del 700 %, se consideraba que el retardante de llama era malo.

[Tabla 1]

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 1 comparativo 1	Ejemplo 2 comparativo 2	Ejemplo 3 comparativo 3	Ejemplo 4 comparativo 4
Materia prima de magnesio	Especie	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Óxido de magnesio	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza
	Cantidad usada	480 g	270 g	8 veces 480 g				
Materia prima de álcali	Especie	Solución 8,3 N de NaOH	Suspensión espesa de Ca(OH) <sub>2</sub> de 25 g/dl	Solución 8,3 N de NaOH	Solución 8,3 N de NaOH	Solución 8,3 N de NaOH	Sólido de NaOH	Solución 8,3 N de NaOH
	Cantidad usada	510 ml	630 ml	510 ml	510 ml	510 ml	20 g	8 veces 510 ml
Condiciones de reacción		Autoclave	Autoclave	Autoclave	Autoclave	Autoclave	Presión normal	Operación de cristal de semilla (veces: 8)
Temperatura de reacción		140	115	140	140	140	80	25
Tratamiento en superficie	Cantidad de ácido esteárico para el tratamiento	0,6	2,5	2,5	0	0,6	2,5	2,5
	Método de tratamiento	Método en húmedo	Método en húmedo	Método en húmedo	Método en húmedo	Método en seco	Método en húmedo	Método en húmedo
Propiedades de las partículas	Tamaño de partícula secundaria promedio (de acuerdo con la difracción láser)	1,2	0,5	1,2	1,2	1,2	3,5	3,9
	Área superficial específica BET	5	13	5	5	5	7	42
	Tamaño de partícula primaria promedio (de acuerdo con la observación de SEM)	0,8	0,3	0,8	0,8	0,8	0,3	0,05
	Grado de monodispersión	67	60	67	67	67	9	1
	pH después de la titulación potenciométrica	7,9	7,7	7,5	10,0	9,1	9,6	9,9
Propiedades de la resina de EEA	Par de amasado	4,3	4,2	3,6	4,6	4,1	4,8	5,0
	Evaluación	Bueno	Bueno	Bueno	Malo	Bueno	Malo	Malo
	Resistencia a la tracción	0,84	0,89	0,90	0,85	0,72	0,82	0,80
	Evaluación	Bueno	Bueno	Bueno	Bueno	Malo	Bueno	Bueno

		Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo comparativo 1	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo comparativo 3	Ejemplo comparativo 4
Materia prima de magnesio	Especie	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza	Óxido de magnesio	Sal de MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O de alta pureza
	Cantidad usada	480 g	270 g	8 veces 480 g				
Alargamiento a la tracción	%	1100	1000	1240	350	990	1060	150
	Evaluación	Bueno	Bueno	Bueno	Malo	Bueno	Bueno	Malo

Tal como resulta evidente a partir de la Tabla 1, el retardante de llama de cada uno de los Ejemplos era bueno en cuanto a la dispersabilidad en la resina y el cuerpo conformado obtenido a partir de los mismos era bueno en cuanto a las propiedades. Se cree que el nivel de tratamiento en superficie de las partículas de hidróxido de magnesio que constituyen el retardante de llama era suficiente, de manera que el retardante de llama se mejoraba en cuanto a la dispersabilidad en la resina y la reacción adicional entre la resina y el retardante de llama estaba suficientemente restringida. Sin embargo, el Ejemplo comparativo 1 se potenció en cuanto al par de amasado y se degradó en cuanto al alargamiento a la tracción. Se considera que esto fue causado por el hecho de que el pH después de la titulación del ácido nítrico era tan alto que el nivel de tratamiento en superficie se redujo, aunque la propia forma de las partículas de hidróxido de magnesio no tuvo ningún problema. El Ejemplo comparativo 2 se degradó en cuanto a la resistencia a la tracción. Se considera que esto fue causado por el hecho de que el tratamiento en superficie se realizó mediante el método en seco, de manera que el tratamiento en superficie no pudo llevarse a cabo a un alto nivel. El Ejemplo comparativo 3 se potenció en cuanto al par de amasado. Además, el Ejemplo comparativo 4 se potenció en cuanto al par de amasado y se degradó en cuanto al alargamiento a la tracción. Se considera que los resultados de los Ejemplos comparativos 3 y 4 fueron causados por el hecho de que las partículas de hidróxido de magnesio se agregaron y, por tanto, la proporción de partículas de hidróxido de magnesio presentes en una forma de partícula secundaria fue alta, de manera que se redujo el nivel de tratamiento en superficie de las partículas cercanas a los respectivos centros de los agregados.

## REIVINDICACIONES

1. Un retardante de llama que comprende partículas de hidróxido de magnesio sometidas a un tratamiento en superficie, satisfaciendo las partículas los siguientes (A) a (D):

(A) un tamaño de partícula promedio es de 2  $\mu\text{m}$  o inferior de acuerdo con un método de difracción láser;

(B) un área superficial específica BET es de 3 a 15  $\text{m}^2/\text{g}$ ;

(C) un grado de monodispersión es del 50 % o superior, estando representado el grado de monodispersión por la siguiente ecuación:

Grado de monodispersión (%) = (tamaño de partícula primaria promedio [ $\mu\text{m}$ ] de las partículas de acuerdo con la observación de SEM/tamaño de partícula promedio [ $\mu\text{m}$ ] de las partículas de acuerdo con el método de difracción láser) x 100; y

(D) justo después se añade gota a gota 1 ml de una solución 0,1 M de ácido nítrico a una velocidad de goteo de 0,1 ml/minuto a una suspensión obtenida mediante la adición de 1,0 g del retardante de llama a 100 ml de una solución mixta acuosa que contiene el 0,1 % en peso de cada uno de Triton X-100 como agente humectante y perclorato de litio como electrolito, siendo el pH de la solución 9,0 o inferior de acuerdo con una titulación potenciométrica.

2. El retardante de llama de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el tratamiento en superficie se realiza mediante el uso de al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en ácidos grasos superiores, sales de metales alcalinos de ácidos grasos superiores, agentes de acoplamiento, ésteres preparados a partir de un ácido graso y un alcohol polihídrico y fosfatos preparados a partir de ácido fosfórico y un alcohol superior.

3. El retardante de llama de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en el que el tratamiento en superficie se realiza mediante un método en húmedo.

4. Una composición de retardante de llama, que comprende un material polimérico orgánico y el retardante de llama de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en una cantidad de 5 a 500 partes en masa basado en 100 partes en masa del material polimérico orgánico.

5. Un cuerpo conformado obtenido mediante el uso de la composición de retardante de llama de acuerdo con la reivindicación 4.

Fig. 1

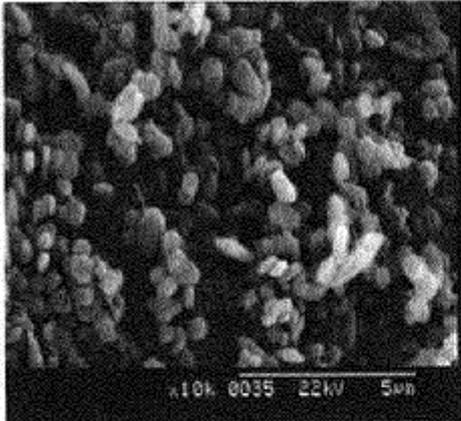


Fig. 2

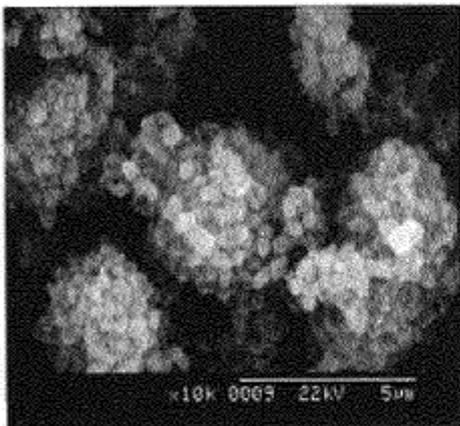


Fig. 3

