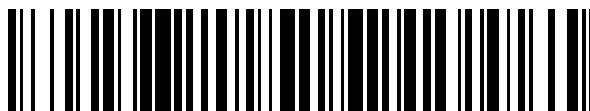


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 682 283**

51 Int. Cl.:

C01G 23/00 (2006.01)

C08K 3/24 (2006.01)

C08K 7/00 (2006.01)

C08L 101/00 (2006.01)

C09K 3/14 (2006.01)

C09C 1/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.03.2008** **PCT/JP2008/054901**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.10.2008** **WO08123046**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.03.2008** **E 08722295 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.05.2018** **EP 2130798**

54 Título: **Titanato de potasio, procedimiento de producción del mismo, materiales de fricción y composiciones de resina**

30 Prioridad:

04.04.2007 JP 2007098808

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

19.09.2018

73 Titular/es:

OTSUKA CHEMICAL CO., LTD. (100.0%)
2-27, Otedori 3-chome Chuo-ku
Osaka-shi, Osaka 540-0021, JP

72 Inventor/es:

ITOI, NOBUKI

74 Agente/Representante:

GARCÍA-CABRERIZO Y DEL SANTO, Pedro

ES 2 682 283 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

Titanato de potasio, procedimiento de producción del mismo, materiales de fricción y composiciones de resina

5 CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere a titanato de potasio, a un método de fabricación del mismo, a un material de fricción que contiene el titanato de potasio y a una composición de resina que contiene el titanato de potasio.

10 La fibra de titanato de potasio, que no es una sustancia cancerígena, tal como el asbesto, se ha usado ampliamente como un modificador de fricción, principalmente para su incorporación en las pastillas de freno de los vehículos. Un material de fricción que contiene tales fibras de titanato de potasio tiene la ventaja muy favorable de que no daña el disco de freno al tiempo que presenta una excelente propiedad de deslizamiento y un buen efecto de frenado.

15 Sin embargo, las fibras de titanato de potasio, debido a su forma fibrosa, presentan los siguientes problemas: son voluminosas; muestran mala fluidez; y tienden a atascarse en la pared de un conducto de alimentación durante la fabricación pudiendo eventualmente bloquearlo. Para solucionar tales problemas, se ha propuesto el titanato de potasio con forma de hoja o placa, tal como octatitanato de potasio, hexatitanato de potasio o tetratitanato de potasio (véase, por ejemplo, la Literatura de Patentes 1 y 2).

20 Sin embargo, sigue existiendo la necesidad de mejoras adicionales en términos de resistencia al desgaste de un modificador de fricción, particularmente en un intervalo de altas temperaturas.

25 En la Literatura de Patentes 3, se proponen partículas finas de titanato de potasio que tienen un diámetro mayor de menos de 5 μm . Aunque estas partículas finas de titanato de potasio muestran una baja intensidad de difracción de rayos X y una línea de difracción con una anchura media grande, sus características de fricción y desgaste han sido insuficientes.

30 Literatura de Patentes 1: Patente japonesa abierta a inspección pública n.º 2001-106526
Literatura de Patentes 2: Patente japonesa abierta a inspección pública n.º 2001-253712
Literatura de Patentes 3: patente japonesa abierta a inspección pública n.º 2000-256013

35 El documento EP 1 170 257 A1 se refiere a un titanato de potasio plano que tiene un diámetro mayor medio de 1 - 100 μm y una relación de aspecto media de 3 - 500 y que puede obtenerse sometiendo el titanato de magnesio o el titanato de potasio de litio a un tratamiento con ácido para preparar de este modo el titanato plano, sumergiéndolo en una solución de hidróxido de potasio y luego sometiéndolo a calcinación.

40 El documento EP 1 067 094 A1 se refiere a un polvo de titanato de potasio, que comprende partículas con una longitud inferior a 2 μm , una relación longitud/anchura inferior a 5 y que, además, comprende un 90 % o más de partículas con una relación inferior a 2 y un 97 % o más de partículas con una relación inferior a 3, en función de la relación con el número de partículas.

45 El documento JP 2000 264689 A se refiere a un material de fricción, que se obtiene combinando titanato de potasio granulado mostrado por la fórmula general: $\text{K}_2\text{O} \cdot n\text{TiO}_2$ (n es 2-12), siendo sus granos esféricos, sustancialmente cúbicos o de forma indefinida y su tamaño de grano medio preferiblemente de 5-80 μm ; y siendo preferiblemente el titanato de potasio granulado hexatitanato de potasio y/o octatitanato de potasio.

50 El documento JP 2000 313620 A se refiere a un método para producir un octatitanato de potasio granular, que comprende un primer paso de mezcla de un compuesto de titanio convertible en óxido de titanio por calentamiento con un compuesto de potasio convertible en óxido de potasio por calentamiento en una proporción molar de 0,85-2,0 de $\text{TiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ expresada en términos de óxidos y cocida a 700-940 °C, obteniendo dititanato de potasio, un segundo paso de tratamiento del dititanato de potasio obtenido en la primera etapa con agua y posterior cocción del dititanato de potasio tratado a 650-940 °C y un tercer paso de dispersión en agua del material cocido obtenido en el segundo paso, añadiendo un ácido al mismo a fin de proporcionar a la dispersión un pH 6-8 neutralizando la dispersión y cociendo el material resultante a 200-800 °C.

55 El documento JP 2000 264692 A divulga materiales de fricción obtenidos por combinación de titanato de metal alcalino granulado de la fórmula general $\text{M}_2\text{O} (\text{TiO}_2)_n$ y que tiene un tamaño de grano medio de 3 a 100 micras y un titanato de metal alcalino fibroso.

DIVULGACIÓN DE LA INVENCION

60 Es un objeto de la invención proporcionar titanato de potasio que tiene una forma novedosa, exhibe una excelente resistencia al desgaste cuando se incorpora en un material de fricción y muestra un excelente rendimiento de refuerzo cuando se incorpora en una composición de resina, un método para la fabricación del titanato de potasio, un material de fricción que contiene el titanato de potasio y una composición de resina que contiene el titanato de potasio.

El titanato de potasio de la presente invención es el representado por $K_2Ti_nO_{(2n+1)}$ ($n = 4,0 - 11,0$) y caracterizado por tener el pico más alto de intensidad de difracción de rayos X (2θ) en el intervalo de $11,0^\circ - 13,5^\circ$ siendo su ancho medio no inferior a $0,5^\circ$ y teniendo un diámetro medio de partícula en el intervalo de 5 a 20 μm .

5 El titanato de potasio en la presente invención tiene el pico más alto de intensidad de difracción de rayos X (2θ) en el intervalo de $11,0^\circ - 13,5^\circ$, preferiblemente en el intervalo de $11,0^\circ - 12,5^\circ$. El ancho medio de este pico no es inferior a $0,5^\circ$, preferiblemente no inferior a $0,8^\circ$, más preferiblemente no inferior a $1,0^\circ$. Característicamente, el titanato de potasio de la presente invención muestra el pico más alto de intensidad de difracción de rayos X con un ancho medio mayor, en comparación con el titanato de potasio convencional.

10 El titanato de potasio de la presente invención generalmente tiene una configuración indeterminada, es decir, tiene una forma irregular, en lugar de una forma fibrosa, plana o en partículas. Específicamente, está configurado preferiblemente para incluir múltiples proyecciones que se extienden en direcciones irregulares. Es decir, preferiblemente tiene una configuración como una ameba o una pieza de rompecabezas.

15 El diámetro medio de partícula del titanato de potasio de la presente invención está en el intervalo de 5 a 20 μm . Se puede medir mediante un dispositivo de medición de distribución del tamaño de partícula del tipo de difracción láser.

20 El titanato de potasio de la presente invención se prepara mediante el método especificado en la reivindicación 2 a partir de dititanato de potasio que se obtiene cociendo una mezcla obtenida por medio de molienda mecanoquímica de una fuente de titanio y una fuente de potasio. Más específicamente, el titanato de potasio de la presente invención se prepara sometiendo el dititanato de potasio a un tratamiento ácido que disuelve un contenido de potasio del mismo y luego cociendo el dititanato de potasio. Al igual que el titanato de potasio de la presente invención, este dititanato de potasio tiene la configuración indeterminada descrita anteriormente.

25 La mezcla molida obtenida mediante molienda mecanoquímica es altamente reactiva, como se describe a continuación. Consecuentemente, se cree que el dititanato de potasio obtenido como resultado de la cocción de dicha mezcla de molienda altamente reactiva es también altamente reactivo. Sometiendo dicho dititanato de potasio altamente reactivo a un tratamiento ácido de modo que su contenido de potasio se disuelva para dar como resultado una composición de titanato de potasio deseada, y posteriormente cociendo el dititanato de potasio, puede obtenerse el titanato de potasio de la presente invención.

30 El método de fabricación del titanato de potasio de la presente invención se caracteriza por incluir las etapas de mezclar una fuente de titanio y una fuente de potasio mientras se muelen mecanoquímicamente, cocer la mezcla molida para preparar dititanato de potasio y, después de un tratamiento con ácido que disuelve un contenido de potasio del mismo, cocer el dititanato de potasio.

35 Dado que la mezcla molida obtenida mezclando una fuente de titanio y una fuente de potasio mientras se muelen mecanoquímicamente es altamente reactiva, como se describió anteriormente, se cree que el dititanato de potasio obtenido por la cocción de la mezcla molida también es altamente reactivo. Sometiendo tal dititanato de potasio a un tratamiento ácido para que su contenido de potasio se disuelva dando como resultado una composición de titanato de potasio deseada como producto final, y posteriormente cociendo el dititanato de potasio, puede obtenerse el titanato de potasio de la presente invención.

40 Una fuente de titanio útil es un compuesto que contenga óxido de titanio. Ejemplos específicos de fuentes de titanio incluyen óxido de titanio, mineral de rutilo, torta húmeda de hidróxido de titanio y titanios hidratados.

45 Una fuente de potasio útil es un compuesto que cuando se calienta produce óxido de potasio. Ejemplos específicos de fuentes de potasio incluyen óxido de potasio, carbonato de potasio, hidróxido de potasio y nitrato de potasio. El uso de carbonato de potasio, entre ellos, es particularmente preferido.

50 La relación de mezcla de la fuente de titanio y la fuente de potasio es básicamente $Ti:K=1,0:1,0$ (relación molar). Sin embargo, puede variarse en aproximadamente un 5 %.

55 En el método de fabricación de la presente invención, la molienda mecanoquímica puede efectuarse mediante un método en el que la mezcla se muele mientras se somete a un impacto físico. Específicamente, la molienda se logra mediante un molino de vibración. Cuando se lleva a cabo un tratamiento de molienda utilizando un molino de vibración, se produce una tensión de cizalla en la mezcla en forma de polvo debido a la molienda. Se cree que esta tensión de cizalla causa tanto el desorden de una configuración atómica como la reducción de una distancia interatómica, de modo que la migración atómica ocurre en una porción de contacto de partículas diferentes y, como resultado, se obtiene una fase metaestable. Se cree que esto da como resultado la obtención de la mezcla molida altamente reactiva.

En el método de fabricación de la presente invención, la mezcla molida obtenida de la manera descrita anteriormente se cuece para preparar dititanato de potasio. La temperatura de cocción a la que se cuece la mezcla molida está preferiblemente en el intervalo de 650 - 1.000 °C, más preferiblemente en el intervalo de 720 - 880 °C. Un tiempo de cocción es preferiblemente de 0,5 horas a 6 horas, más preferiblemente de 3 horas a 5 horas. Si la temperatura de cocción es excesivamente baja, puede producirse tetratitanato de potasio fibroso que dificulte la obtención de una única composición de dititanato de potasio amebiforme. Por otro lado, si es excesivamente alta, el dititanato de potasio puede tener una configuración columnar que suponga la dificultad de obtener dititanato de potasio amebiforme. Si el tiempo de cocción es excesivamente corto, puede producirse tetratitanato de potasio fibroso que dificulte la obtención de una única composición de dititanato de potasio amebiforme. Por otro lado, si el tiempo de cocción es excesivamente largo, se puede reducir la eficiencia de la producción, perdiéndose idoneidad industrial.

En el método de fabricación de la presente invención, el dititanato de potasio obtenido de la manera descrita anteriormente se somete luego a un tratamiento ácido para disolver su contenido de potasio. En el caso de que se fabrique octatitanato de potasio ($n = 8$) o titanato de potasio que tenga una composición próxima ($n = 7,50 - 8,49$), la adición de un ácido irá seguida preferiblemente del ajuste de un pH a un intervalo comprendido entre 7,5 y 8,5. En el caso de que se fabrique hexatitanato de potasio ($n = 6$) o titanato de potasio que tenga una composición próxima ($n = 5,50 - 6,49$), la adición de un ácido irá seguida preferiblemente del ajuste de un pH a un intervalo comprendido entre 11,5 y 12,5. En el caso de que se fabrique tetratitanato de potasio ($n = 4$) o titanato de potasio que tenga una composición próxima ($n = 3,50 - 4,49$), la adición de un ácido irá seguida preferiblemente del ajuste de un pH a un intervalo comprendido entre 13,0 y 13,5.

El ácido usado en el tratamiento ácido no está particularmente especificado. Ejemplos de ácidos útiles incluyen ácidos inorgánicos tales como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico y ácido nítrico; y ácidos orgánicos tales como ácido acético. Estos ácidos se pueden usar solos o en combinación.

Después de la disolución del contenido de potasio, el resultante se filtra, por ejemplo, al vacío y luego se deshidrata. La cocción sigue a la deshidratación para proporcionar un producto final, es decir, el titanato de potasio de la presente invención. Esta cocción se realiza preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 400-700 °C, más preferiblemente en el intervalo de 450-650 °C. Un tiempo de cocción es preferiblemente de 0,5 horas a 4 horas, más preferiblemente de 0,5 horas a 1 hora. Si la temperatura de cocción es excesivamente baja, puede resultar difícil obtener un patrón de difracción de rayos X propuesto o una estructura de túnel de cristal. Por otro lado, si la temperatura de cocción es excesivamente alta, el óxido de titanio puede depositarse dificultando la obtención de una composición única. Si el tiempo de cocción es excesivamente corto, puede resultar difícil obtener un patrón de difracción de rayos X propuesto o una estructura de túnel de cristal. Por otro lado, si el tiempo de cocción es excesivamente largo, se puede reducir la eficiencia de la producción, perdiéndose idoneidad industrial.

La cocción de la mezcla molida y el dititanato de potasio después del tratamiento con ácido se puede lograr mediante diversos medios de cocción, que incluyen un horno eléctrico, un horno rotatorio, un horno tubular, un horno de lecho fluidizado y un horno de túnel.

Después de la cocción, la trituración y la molienda se realizan usando una trituradora de mandíbulas, un molino de púas o similar. Cuando sea necesario, se podrá realizar un cribado o clasificación.

Como se describió anteriormente, el titanato de potasio de la presente invención se puede fabricar según el método de fabricación de la presente invención.

El material de fricción de la presente invención se caracteriza por contener el titanato de potasio de la presente invención como un modificador de fricción. Preferiblemente, el titanato de potasio de la presente invención se contiene en el intervalo de 1 - 80 % en peso. Si el contenido del titanato de potasio de la presente invención es menor del 1 % en peso, puede resultar difícil que el titanato de potasio muestre su efecto como un modificador de la fricción, tal como la estabilidad de un coeficiente de fricción. Si el contenido excede el 80 % en peso, puede resultar difícil la formación de almohadillas.

Debido a la inclusión del titanato de potasio de la presente invención como un modificador de fricción, el material de fricción de la presente invención puede exhibir características de fricción y desgaste muy estables (resistencia al desgaste, coeficiente de fricción, etc.) en un rango de baja a alta temperatura. La razón detallada de las mejoras en las características de fricción y desgaste cuando se contiene el titanato de potasio de la presente invención no está clara. Sin embargo, se cree que las mejoras en la resistencia al desgaste y el coeficiente de fricción del material de fricción se deben a la configuración especificada anteriormente del titanato de potasio de la presente invención.

Por consiguiente, el material de fricción de la presente invención se puede usar como un material para elementos de frenado incorporados a automóviles, vehículos ferroviarios, aeronaves y otros diversos aparatos industriales. Por

ejemplo, puede usarse como material para revestimientos de embrague o frenos, como forros de freno y almohadillas de disco. Mejora y estabiliza eficazmente sus funciones de frenado y ofrece un efecto de mejora de la vida útil.

5 Se puede usar cualquier aglutinante usado convencionalmente en el campo de los materiales de fricción. Ejemplos de aglutinantes incluyen aglutinantes orgánicos y aglutinantes inorgánicos. Ejemplos de aglutinantes orgánicos incluyen resinas termoendurecibles tales como fenol, formaldehído, melamina, epoxi, acrílico, poliéster aromático y resinas de urea; elastómeros tales como caucho natural, caucho de nitrilo, caucho de butadieno, caucho de estireno-butadieno, caucho de cloropreno, caucho de poliisopreno, caucho acrílico, caucho de alto contenido de estireno y copolímero de estireno-propileno-dieno; resinas termoplásticas tales como poliamida, sulfuro de polifenileno, poliéter, poliimida, poliéter-éter-cetona y resinas de poliéster cristalinas líquidas termoplásticas. Los ejemplos de aglutinantes inorgánicos incluyen sol de alúmina, sol de sílice y resinas de silicona. Estos aglutinantes se pueden usar solos o en combinación. En algunos casos, dos o más aglutinantes que sean compatibles entre sí se pueden usar en combinación.

15 El material de fricción puede contener fibras. Se puede usar cualquier tipo de fibras usadas convencionalmente en este campo. Ejemplos de fibras incluyen fibras de resina tales como fibras de aramida, fibras metálicas tales como fibras de acero y fibras de latón, fibras de carbono, fibras de vidrio, fibras cerámicas, lana de roca, pulpas de madera y similares. Estos tipos de fibras se pueden usar solos o en combinación. Con el fin de mejorar la dispersabilidad y la adherencia del aglutinante, tales fibras pueden tratarse superficialmente con un agente de acoplamiento de silano tal como un agente de acoplamiento de amino, epoxi o vinil silano, un agente de acoplamiento de titanato, un éster de fosfato o similar.

20 Además, el material de fricción de la presente invención puede contener un modificador de fricción usado convencionalmente en este campo dentro de un intervalo que no perjudique el efecto deseado del material de fricción. Ejemplos de modificadores de la fricción incluyen polvos orgánicos tales como polvo de caucho natural o sintético vulcanizado o no vulcanizado, polvo de resina de anacardo, polvo de resina y polvo de caucho; polvos inorgánicos tales como negro de humo, polvo de grafito, disulfuro de molibdeno, sulfato de bario, carbonato de calcio, arcilla, mica, talco, diatomita, antigorita, sepiolita, montmorillonita, zeolita, trititanato de sodio, hexatitanato de sodio, hexatitanato de potasio y octatitanato de potasio; polvos metálicos tales como cobre, aluminio, zinc y hierro; polvos de óxido tales como alúmina, sílice, óxido de cromo, óxido de titanio y óxido de hierro; y similares. Estos modificadores de fricción convencionales se pueden usar solos o en combinación cuando sea necesario.

30 El material de fricción de la presente invención puede contener además uno o más de un inhibidor de óxido, un lubricante, un abrasivo y similares.

35 La relación de mezcla de los componentes en el material de fricción de la presente invención se puede seleccionar adecuadamente de un amplio intervalo dependiendo de diversas condiciones que incluyen el tipo de aglutinante utilizado; los tipos de las fibras incorporadas opcionalmente, el modificador de fricción convencional y otros aditivos; las propiedades de deslizamiento y mecánicas requeridas para el material de fricción objetivo y los propósitos de uso contemplados del material de fricción. En general, el aglutinante puede estar contenido en la cantidad de 5 - 60 % en peso (preferiblemente 10 - 40 % en peso), el modificador de fricción en la cantidad de 1 - 80 % en peso (preferiblemente 3 - 50 % en peso), las fibras en una cantidad de hasta 60 % en peso (preferiblemente 1 - 40 % en peso) y los otros aditivos en una cantidad de hasta 60 % en peso, todo basado en el peso total del material de fricción.

45 El material de fricción de la presente invención se puede fabricar de acuerdo con un método convencionalmente conocido para fabricar un material de fricción. Por ejemplo, las fibras, si es necesario, se dispersan en un aglutinante. A continuación, se añaden un modificador de fricción y otros componentes opcionales, ya sea en forma combinada o por separado, a la dispersión. La mezcla resultante se vierte luego en un molde donde se comprime por calor en una forma integral.

50 Alternativamente, un aglutinante se amasa en estado fundido en una extrusora de doble husillo en la que se introducen fibras opcionales, un modificador de la fricción y otros componentes opcionales, en forma combinada o por separado, desde una tolva lateral. La mezcla fundida se extruye y luego se mecaniza en la forma deseada.

55 Alternativamente, las fibras, si es necesario, se dispersan en un aglutinante. Un modificador de fricción y otros componentes opcionales se agregan posteriormente a la dispersión. La mezcla resultante se dispersa en agua, se captura en una red y luego se deshidrata para proporcionar una banda de lámina que posteriormente se prensa por calor en una forma integral. La pieza resultante se corta y/o se mecaniza abrasivamente de manera adecuada a la forma deseada.

60 La composición de resina de la presente invención se caracteriza por incluir el titanato de potasio de la presente invención. La inclusión del titanato de potasio de la presente invención da como resultado la obtención de refuerzo y otras prestaciones. La composición de resina contiene preferiblemente el titanato de potasio de la presente invención en el intervalo de 5-50 % en peso. Si la cantidad cae por debajo de 5 % en peso, el efecto obtenido mediante la inclusión del titanato de potasio de la presente invención puede ser insuficiente. Por otro lado, si la cantidad excede el 50 % en

peso, la dispersión del titanato de potasio en la resina puede volverse insuficiente. En tal caso, es difícil obtener un efecto de refuerzo o de otro tipo.

La resina para uso en la composición de resina de la presente invención puede ser termoplástica o termoendurecible.

Ejemplos de resinas termoplásticas incluyen polietileno, poliestireno, resina AS, resina ABS, polipropileno, resina de cloruro de vinilo, resina metacrílica, tereftalato de polietileno, poliamida, policarbonato, poliacetal, éter de polifenileno modificado, tereftalato de polibutileno, sulfuro de polifenileno, poliarilato, polisulfona, poliéter sulfona, poliéter éter cetona, poliéter imida, poliamida imida, polímero de cristal líquido, poliimida, poliftalmida, fluororesina, polietileno de peso molecular ultra alto, elastómero termoplástico, polimetil penteno, plástico biodegradable, poliacrilonitrilo y plástico celulósico.

Ejemplos de resinas termoendurecibles incluyen resina de fenol, resina de urea, resina de melamina, resina epoxi, resina de poliéster insaturado, poliuretano, resina de ftalato de dialilo, resina de silicona y resina alquídica.

(Efecto de la invención)

El titanato de potasio de la presente invención, cuando se usa como un modificador de la fricción en un material de fricción, confiere una excelente resistencia al desgaste y, cuando está contenido en una composición de resina, muestra un excelente rendimiento de refuerzo.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

[Figura 1] La Figura 1 es una fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo 1 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 2] La Figura 2 es otra fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo 1 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 3] La Figura 3 es una fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo 2 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 4] La Figura 4 es otra fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo 2 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 5] La Figura 5 es un gráfico, que muestra una curva T-G de la mezcla obtenida por molienda mediante un molino de vibración;

[Figura 6] La Figura 6 es un gráfico, que muestra una curva T-G de la mezcla obtenida a través de un mezclador Henshel;

[Figura 7] La Figura 7 es un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido en el Ejemplo 1 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 8] La Figura 8 es un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido en el Ejemplo 2 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 9] La Figura 9 es un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido en el Ejemplo 3 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 10] La Figura 10 es un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido en el Ejemplo 4 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 11] La Figura 11 es un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido en el Ejemplo Comparativo 1;

[Figura 12] La Figura 12 es un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido en el Ejemplo Comparativo 2;

[Figura 13] La Figura 13 es un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido en el Ejemplo Comparativo 3;

[Figura 14] La Figura 14 es un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido en el Ejemplo Comparativo 4;

[Figura 15] La Figura 15 es un gráfico que muestra la relación entre la temperatura del disco y la tasa de desgaste de las almohadillas de disco A - E;

[Figura 16] La Figura 16 es un gráfico, que muestra la relación entre la temperatura del disco y el coeficiente de desgaste de las almohadillas del disco A - E;

[Figura 17] La Figura 17 es una fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo 3 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 18] La Figura 18 es otra fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo 3 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 19] La Figura 19 es una fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo 4 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 20] La Figura 20 es otra fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo 4 de acuerdo con la presente invención;

[Figura 21] La Figura 21 es una fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo Comparativo 1;

[Figura 22] La Figura 22 es otra fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo Comparativo 1;

[Figura 23] La Figura 23 es una fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo Comparativo 2;

[Figura 24] La Figura 24 es otra fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el titanato de potasio del Ejemplo Comparativo 2;

[Figura 25] La Figura 25 es una fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el dititanato de potasio preparado en los Ejemplos de acuerdo con la presente invención; y

[Figura 26] La Figura 26 es otra fotomicrografía tomada usando un microscopio electrónico de barrido, que muestra el dititanato de potasio preparado en los Ejemplos de acuerdo con la presente invención.

MEJOR MODO DE LLEVAR A CABO LA INVENCION

Los siguientes ejemplos específicos ilustran la presente invención, pero no pretenden ser limitativos de la misma.

(EJEMPLO 1)

(Preparación de la mezcla molida)

Se mezclaron 418,9 g de óxido de titanio y 377,05 g de carbonato de potasio en un mezclador Henshel. La mezcla resultante se mezcló adicionalmente mientras se molía en un molino de vibración durante 0,5 horas.

La Figura 5 es un gráfico que muestra una curva T-G de la mezcla molida obtenida. A efectos comparativos, se mezclaron solo en un mezclador Henshel para preparar una mezcla. Su curva T-G se muestra en la Figura 6.

Como es evidente por la comparación entre las Figuras 5 y 6, la mezcla molida obtenida mezclando con molienda mecanoquímica en un molino vibratorio muestra un inicio de reducción de peso a una temperatura más baja, en comparación con la mezcla obtenida mezclando en un mezclador Henshel. Se cree que esto demuestra que la mezcla obtenida por mezcla con la molienda mecanoquímica tiene una mayor reactividad.

(Preparación de dititanato de potasio)

La mezcla molida obtenida de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente, que pesaba 50 g, se envasó en un crisol y se coció en un horno eléctrico a 780 °C durante 4 horas. El producto obtenido fue confirmado como $K_2Ti_2O_5$ por difracción de rayos X.

(Tratamiento ácido y cocción)

El dititanato de potasio ($K_2Ti_2O_5$) obtenido se usó para preparar 500 ml de una lechada al 15 % en peso. Su pH se ajustó a un valor de 8 mediante la adición de 12,4 g de una solución acuosa al 70 % en peso de H_2SO_4 y la posterior agitación durante una hora. Esta lechada se filtró, se secó y luego se coció en un horno eléctrico a 600 °C durante 1 hora.

El producto cocido se desintegró mediante un molino de martillos para obtener 28,92 g de titanato de potasio.

El titanato de potasio obtenido se observó con un microscopio electrónico de barrido (SEM). Las Figuras 1 y 2 son fotomicrografías del titanato de potasio tomadas usando un microscopio electrónico de barrido.

Como puede verse claramente a partir de las Figuras 1 y 2, el titanato de potasio obtenido tiene una forma indeterminada, es decir, tiene múltiples proyecciones que se extienden en direcciones irregulares. En otras palabras, tiene una configuración como una ameba o una pieza de rompecabezas.

Las Figuras 25 y 26 son fotografías SEM del dititanato de potasio que sirve como materia prima. Este dititanato de potasio también tiene una configuración como una ameba o una pieza de rompecabezas.

Se confirmó que el titanato de potasio obtenido tenía una composición de $K_2Ti_{7,9}O_{16,8}$ por análisis de rayos X fluorescentes.

La Figura 7 muestra un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio (7,9-titanato de potasio de la presente invención). La Figura 7 también muestra un gráfico de difracción de rayos X del octatitanato de potasio fibroso (octatitanato de potasio existente).

- Como se muestra en la Figura 7, el pico de mayor intensidad apareció en un ángulo de $12,12^\circ$ y el ancho medio de este pico fue $3,247^\circ$. La determinación de la difracción de rayos X se realizó usando un dispositivo de medición de difracción de rayos X (producto de Rigaku Industrial Corp., RINT 2000). Después de suavizar utilizando un método de promedio ponderado y la eliminación de fondo con un método Sonneveld-Visser, se realizó una búsqueda de pico para determinar el ancho medio.
- Por otra parte, en el gráfico de difracción de rayos X del octatitanato de potasio fibroso, el pico de mayor intensidad apareció en un ángulo de $11,335^\circ$ y el ancho medio de este pico fue de $0,235^\circ$.
- Por consiguiente, el titanato de potasio obtenido en este ejemplo tiene el pico de mayor intensidad en un lugar alejado del lugar en el que aparece el del octatitanato de potasio fibroso y su anchura media es mayor que la del octatitanato de potasio fibroso convencional.
- El diámetro de partícula medio (diámetro medio) del titanato de potasio de este ejemplo fue de $11,0\ \mu\text{m}$.
- Además, el titanato de potasio de este Ejemplo tiene una configuración amebiana, como se muestra en las Figuras 1 y 2, y su configuración es claramente diferente de una configuración fibrosa, plana o particulada del octatitanato de potasio convencional.
- (EJEMPLO 2)
- Se preparó dititanato de potasio ($\text{K}_2\text{Ti}_2\text{O}_5$) de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se usó para preparar 500 ml de una lechada al 15 % en peso. Su pH se ajustó a un valor de 12 mediante la adición de 10,4 g de una solución acuosa al 70 % en peso de H_2SO_4 y la posterior agitación durante una hora. Esta suspensión acuosa se filtró, se secó y luego se coció en un horno eléctrico a $600\ ^\circ\text{C}$ durante 1 hora. El producto cocido se desintegró mediante un molino de martillos para obtener 29,88 g de titanato de potasio.
- Se confirmó que el titanato de potasio obtenido tenía una composición de $\text{K}_2\text{Ti}_{6,1}\text{O}_{13,2}$ por análisis de rayos X fluorescentes.
- La Figura 8 muestra un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio (6,1-titanato de potasio de la presente invención). La Figura 8 también muestra una tabla de difracción de rayos X del hexatitanato de potasio fibroso (hexatitanato de potasio existente). Como se muestra en la Figura 8, el titanato de potasio de este ejemplo tenía el pico de mayor intensidad en un ángulo de $11,58^\circ$ y su ancho medio era de $1,388^\circ$. Por otro lado, el hexatitanato de potasio fibroso convencional tenía el pico de mayor intensidad en un ángulo de $11,484^\circ$ y su ancho medio era de $0,188^\circ$.
- Las Figuras 3 y 4 son fotografías de SEM del titanato de potasio de este Ejemplo.
- El diámetro de partícula medio (diámetro medio) del titanato de potasio de este Ejemplo fue de $13,2\ \mu\text{m}$.
- (EJEMPLO 3)
- El dititanato de potasio ($\text{K}_2\text{Ti}_2\text{O}_5$) se preparó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se usó para preparar 500 ml de una lechada al 3 % en peso. Su pH se ajustó a un valor de 12,8 mediante agitación durante una hora. Esta suspensión se filtró, se secó y luego se coció en un horno eléctrico a $600\ ^\circ\text{C}$ durante 1 hora. El producto cocido se desintegró mediante un molino de martillos para obtener 30,86 g de titanato de potasio.
- Se confirmó que el titanato de potasio obtenido tenía una composición de $\text{K}_2\text{Ti}_{4,8}\text{O}_{10,6}$ por análisis de rayos X fluorescentes.
- La Figura 9 muestra un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido (4,8-titanato de potasio de la presente invención). La Figura 9 también muestra un gráfico de difracción de rayos X del dititanato de potasio (dititanato de potasio existente). Como se muestra en la Figura 9, el titanato de potasio de este Ejemplo tenía el pico de mayor intensidad en un ángulo de $11,38^\circ$ y su ancho medio era de $1,082^\circ$. Por otro lado, el dititanato de potasio tenía el pico de mayor intensidad en un ángulo de $13,58^\circ$ y su ancho medio era de $0,212^\circ$.
- Las Figuras 17 y 18 son fotografías SEM del titanato de potasio de este Ejemplo.
- El diámetro de partícula medio (diámetro medio) del titanato de potasio de este Ejemplo fue de $12,2\ \mu\text{m}$.
- (EJEMPLO 4)

Se preparó diititanato de potasio ($K_2Ti_2O_5$) de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se usó para preparar 500 ml de una lechada al 15 % en peso. Se ajustó su pH a un valor de 6 mediante la adición de 14,0 g de una solución acuosa al 70 % en peso de H_2SO_4 y la posterior agitación durante una hora. Esta suspensión acuosa se filtró, se secó y luego se coció en un horno eléctrico a 600 °C durante 1 hora. El producto cocido se desintegró mediante un molino de martillos para obtener 28,02 g de titanato de potasio.

Se confirmó que el titanato de potasio obtenido tenía una composición de $K_2Ti_{10,9}O_{22,8}$ por análisis de rayos X fluorescentes.

La Figura 10 muestra un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido (10,9-titanato de potasio de la presente invención). La Figura 10 también muestra un gráfico de difracción de rayos X de óxido de titanio (óxido de titanio existente). Como se muestra en la Figura 10, el titanato de potasio de este Ejemplo tenía el pico de mayor intensidad en un ángulo de 11,42° y su ancho medio era de 1,106°. Por otro lado, el óxido de titanio tenía el pico de mayor intensidad en un ángulo de 25,30 ° y su ancho medio era 0,165°.

Las Figuras 19 y 20 son fotografías SEM del titanato de potasio de este Ejemplo.

El diámetro de partícula medio (diámetro medio) del titanato de potasio de este Ejemplo fue de 11,5 µm.

(EJEMPLO COMPARATIVO 1)

El diititanato de potasio ($K_2Ti_2O_5$) se preparó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se usó para preparar 500 ml de una lechada al 10 % en peso que se agitó posteriormente durante una hora y se ajustó a un pH de 13,4. Esta suspensión acuosa se filtró, se secó y luego se coció en un horno eléctrico a 600 °C durante 1 hora. El producto cocido se desintegró mediante un molino de martillos para obtener 32,39 g de titanato de potasio.

Se confirmó que el titanato de potasio obtenido tenía una composición de $K_2Ti_{3,63}O_{8,26}$ por análisis de rayos X fluorescentes.

La Figura 11 muestra un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido (3,6-titanato de potasio). La Figura 11 también muestra un gráfico de difracción de rayos X del diititanato de potasio (diititanato de potasio existente). Como se muestra en la Figura 11, el titanato de potasio de este Ejemplo Comparativo tenía el pico de mayor intensidad en un ángulo de 11,28° y su ancho medio era de 0,941°.

Las Figuras 21 y 22 son fotografías SEM del titanato de potasio de este Ejemplo Comparativo.

El diámetro de partícula medio (diámetro medio) del titanato de potasio de este Ejemplo Comparativo fue de 13,7 µm.

(EJEMPLO COMPARATIVO 2)

Se preparó diititanato de potasio ($K_2Ti_2O_5$) de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se usó para preparar 500 ml de una lechada al 15 % en peso. Se ajustó su pH a un valor de 5,5 mediante la adición de 15,0 g de una solución acuosa al 70% en peso de H_2SO_4 y la posterior agitación durante una hora. Esta suspensión acuosa se filtró, se secó y luego se coció en un horno eléctrico a 600 °C durante 1 hora. El producto cocido se desintegró mediante un molino de martillos para obtener 27,44 g de titanato de potasio.

Se confirmó que el titanato de potasio obtenido tenía una composición de $K_2Ti_{15,4}O_{31,7}$ por análisis de rayos X fluorescentes.

La Figura 12 muestra un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio obtenido (15-titanato de potasio). La Figura 12 también muestra un gráfico de difracción de rayos X de óxido de titanio (óxido de titanio existente). Como se muestra en la Figura 12, el titanato de potasio de este Ejemplo Comparativo tenía el pico ancho en un ángulo de 11,68° y su ancho medio era de 1,106°.

Las Figuras 23 y 24 son fotografías de SEM del titanato de potasio de este Ejemplo Comparativo.

Un diámetro de partícula medio (diámetro medio) del titanato de potasio de este Ejemplo Comparativo fue de 11,5 µm.

(EJEMPLO COMPARATIVO 3)

Se mezclaron 26,32 g de óxido de titanio, 23,68 g de carbonato de potasio y 100 g de agua desionizada en un matraz de berenjena, se espesaron mediante un evaporador y se secaron para obtener una mezcla sólida. Se envasaron 50 g de la mezcla en un crisol y se cocieron en un horno eléctrico a 780 °C durante 4 horas.

La Figura 13 muestra un gráfico de difracción de rayos X del producto obtenido.

Como se muestra en la Figura 13, se descubrió que el producto (mezclado en húmedo) era una mezcla de $K_2Ti_2O_5$ y tetratitanato de potasio fibroso. La Figura 13 también muestra un gráfico de difracción de rayos X del tetratitanato de potasio fibroso (tetratitanato de potasio existente).

(EJEMPLO COMPARATIVO 4)

Se mezclaron 542,00 g de óxido de titanio, 216,80 g de carbonato de potasio y 41,20 g de carbonato de litio en un mezclador Henschel. Se envasaron 50 g de la mezcla resultante en un crisol y se cocieron en un horno eléctrico a 920 °C durante 4 horas. El producto obtenido se identificó como $K_{0,8}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,9}$ por difracción de rayos X.

El producto obtenido, $K_{0,8}Li_{0,27}Ti_{1,73}O_{3,9}$, se usó para preparar 500 ml de una lechada al 15 % en peso. Se añadieron 37 g de una solución acuosa al 70 % en peso de H_2SO_4 a la suspensión, seguido de agitación durante dos horas. La suspensión acuosa resultante se filtró, se lavó con agua y se secó para obtener $H_{0,97}Ti_{1,73}O_{3,95}$.

A continuación, se utilizó $H_{0,97}Ti_{1,73}O_{3,95}$ para preparar 500 ml de una lechada al 15 % en peso. Se añadieron 16,7 g de una solución acuosa al 85 % en peso de KOH a la suspensión, seguido de agitación durante 4 horas. La suspensión acuosa resultante se filtró, se lavó con agua, se secó y luego se coció en un horno eléctrico a 600 °C durante 1 hora.

El producto cocido se desintegró mediante un molino de martillos para obtener 26,6 g de titanato de potasio plano.

Se confirmó que el titanato de potasio plano obtenido tenía una composición de $K_2Ti_{8,1}O_{17,2}$ por análisis de rayos X fluorescentes. Su diámetro medio de partícula (diámetro medio) fue de 3,2 μm .

La Figura 14 muestra un gráfico de difracción de rayos X del titanato de potasio plano obtenido.

Se muestran en la Tabla 1 un sistema de mezcla utilizado para obtener la mezcla de materia prima, un valor de n en $K_2Ti_nO(2n+1)$, un diámetro medio de partícula y una configuración de partícula en cada uno de los Ejemplos 1-4 y los Ejemplos Comparativos 1-4.

[TABLA 1]

	Núm.	Sistema de mezcla	Valor de n ^{*1}	Diámetro medio de partícula (μm)	Configuración
Ej. Comp.	1	Molino de vibración	3,6	13,7	Amébrica
Ej.	3	Molino de vibración	4,8	12,2	Amébrica
	2	Molino de vibración	6,1	13,2	Amébrica
	1	Molino de vibración	7,9	11	Amébrica
	4	Molino de vibración	10,9	11,5	Amébrica
Ej. Comp.	2	Molino de vibración	15,4	11,5	Amébrica
Ej. Comp.	3	Mezclado en húmedo	-	-	Amébrica + Fibrosa
	4	Mezclador Henschel	8,1	3,3	Plana

* 1 : Valor de n en $K_2Ti_nO(2n+1)$

Además, la Tabla 2 enumera la ubicación y el ancho medio del pico de intensidad más alto en el gráfico de difracción de rayos X para los titanatos de potasio obtenidos en los Ejemplos 1-4 y los Ejemplos Comparativos 1-2, tetratitanato de potasio fibroso, hexatitanato de potasio fibroso y octatitanato de potasio fibroso.

[TABLA 2]

	Número	Valor de n ^{*1}	2 θ	Ancho medio
Ej. Comp.	1	3,6	11,28	0,941
Ej.	3	4,8	11,38	1,082
	2	6,1	11,58	1,388
	1	7,9	12,12	3,247

(continuación)

Ej.	4	10,9	11,42	1,106
Ej. Comp.	2	15,4	11,68	1,106
Tetratitanato de potasio fibroso	4	10,089	0,188	
Hexatitanato de potasio fibroso	6	11,484	0,188	
Octatitanato de potasio fibroso	8	11,335	0,235	
*1 : Valor de n en $K_2Ti_nO_{(2n+1)}$				

5 Como puede verse claramente a partir de los resultados mostrados en la Tabla 2, el titanato de potasio de acuerdo con la presente invención tiene el pico más alto de intensidad de difracción de rayos X (2θ) en el intervalo de $11,0^\circ$ - $13,5^\circ$ y su ancho medio no es menos de $0,5^\circ$.

(Rendimiento como un modificador de fricción en el material de fricción)

10 Todas las “partes” en los siguientes Ejemplos se refieren a “partes en peso”.

(Ejemplo de aplicación 1) (octatitanato de potasio)

15 Se mezclaron 20 partes del titanato de potasio amebiforme obtenido en el Ejemplo 1, $K_2Ti_{7,9}O_{16,8}$, 10 partes de fibras de aramida, 20 partes de una resina de fenol y 50 partes de sulfato de bario, se prensaron a una presión de 25 MPa durante 1 minuto, se integraron en un molde a una presión de 20 MPa a una temperatura de 170°C durante 5 minutos y posteriormente se sometieron a un tratamiento térmico a 180°C durante 3 horas. El producto se retiró del molde y luego se sometió a un mecanizado abrasivo para preparar una almohadilla de disco A (pieza de prueba JIS D 4411).

20 (Ejemplo de aplicación 2) (Hexatitanato de potasio)

25 Se mezclaron 20 partes del titanato de potasio amebiforme obtenido en el Ejemplo 2, $K_2Ti_{6,1}O_{13,2}$, 10 partes de fibras de aramida, 20 partes de una resina de fenol y 50 partes de sulfato de bario, se prensaron a una presión de 25 MPa durante 1 minuto, se integraron en un molde a una presión de 20 MPa a una temperatura de 170°C durante 5 minutos y posteriormente se sometieron a un tratamiento térmico a 180°C durante 3 horas. El producto se retiró del molde y luego se sometió a un mecanizado abrasivo para preparar una almohadilla de disco B (pieza de prueba JIS D 4411).

(Ejemplo de aplicación 3) (Pentatitanato de potasio)

30 Se mezclaron 20 partes del titanato de potasio amebiforme obtenido en el Ejemplo 3, $K_2Ti_{4,8}O_{10,6}$, 10 partes de fibras de aramida, 20 partes de una resina de fenol y 50 partes de sulfato de bario, se prensaron a una presión de 25 MPa durante 1 minuto, se integraron en un molde a una presión de 20 MPa a una temperatura de 170°C durante 5 minutos y posteriormente se sometieron a un tratamiento térmico a 180°C durante 3 horas. El producto se retiró del molde y luego se sometió a un mecanizado abrasivo para preparar una almohadilla de disco C (pieza de prueba JIS D 4411).

35 (Ejemplo de aplicación 4) (undecatitanato de potasio)

40 Se mezclaron 20 partes del titanato de potasio amobiforme obtenido en el Ejemplo 4, $K_2Ti_{10,9}O_{22,8}$, 10 partes de fibras de aramida, 20 partes de una resina de fenol y 50 partes de sulfato de bario, se prensaron a una presión de 25 MPa durante 1 minuto, se integraron en un molde a una presión de 20 MPa a una temperatura de 170°C durante 5 minutos y posteriormente se sometieron a un tratamiento térmico a 180°C durante 3 horas. El producto se retiró del molde y luego se sometió a un mecanizado abrasivo para preparar una almohadilla de disco D (pieza de prueba JIS D 4411).

(Ejemplo de Aplicación Comparativo 1)

45 Se mezclaron 20 partes del titanato de potasio plano obtenido en el ejemplo comparativo 4, $K_2Ti_{8,1}O_{17,2}$, 10 partes de fibras de aramida, 20 partes de una resina de fenol y 50 partes de sulfato de bario, se prensaron a una presión de 25 MPa durante 1 minuto, se integraron en un molde a una presión de 20 MPa a una temperatura de 170°C durante 5 minutos y posteriormente se sometieron a un tratamiento térmico a 180°C durante 3 horas. El producto se retiró del

molde y luego se sometió a un mecanizado abrasivo para preparar una almohadilla de disco E (pieza de prueba JIS D 4411).

(EJEMPLO DE PRUEBA 1) (Material de fricción - Prueba de desgaste por fricción)

Para las almohadillas de disco A, B, C, D y E obtenidas en los Ejemplos de aplicación 1 - 4 y Ejemplo de Aplicación Comparativo 1, se realizó una prueba de desgaste por fricción a velocidad constante (superficie del disco de fricción: hecha de de hierro fundido gris FC-25, presión superficial: 0,98 MPa, velocidad de fricción: 7 m/seg.) de acuerdo con la norma descrita en JIS D 4411 "Automobile Brake Lining" (JIS D 4411 "Revestimiento de freno de automóvil") para medir una tasa de desgaste (cm^3/kgm) y un coeficiente de fricción (μ). Los resultados se muestran en las Figuras 15 y 16.

Como se puede ver claramente a partir de las Figuras 15 y 16, las almohadillas de disco A, B, C y D usando el titanato de potasio amebiforme de la presente invención muestran menores tasas de desgaste y una resistencia al desgaste mejorada, en comparación con la almohadilla de disco E que usa el titanato de potasio plano.

(Rendimiento como Refuerzo en Material de Fricción)

Todas las "partes" en los siguientes Ejemplos se refieren a "partes en peso".

(Ejemplo de aplicación 5)

30 partes del titanato de potasio amebiforme obtenido en el Ejemplo 1, $\text{K}_2\text{Ti}_{7,9}\text{O}_{16,8}$, 50 partes de una resina de PPS, 10 partes de politetrafluoroetileno y 10 partes de sulfato de potasio se extruyeron en gránulos usando una extrusora de un solo husillo de 60 mm. Los gránulos obtenidos se moldearon por inyección bajo las condiciones de una temperatura de moldeo de 340 °C, una presión de inyección (presión primaria) de 1,200 kgf/cm^2 , una presión de permanencia (presión secundaria) de 500 kgf/cm^2 y un tiempo de inyección/permanencia de 20 segundos para preparar una pieza de prueba de desgaste (cilindro hueco que tiene un diámetro exterior de 25,6 mm, un diámetro interno de 20 mm y una altura de 15 mm).

(Ejemplo de Aplicación Comparativo 2)

30 partes de fibras de hexatitanato de potasio (diámetro de sección de 0,3 - 1 μm , relación de aspecto de 10), 50 partes de una resina de PPS, 10 partes de politetrafluoroetileno y 10 partes de sulfato de potasio se extruyeron en gránulos utilizando una extrusora de un solo husillo único de 60 mm. Los gránulos obtenidos se moldearon por inyección bajo las condiciones de una temperatura de moldeo de 340 °C, una presión de inyección (presión primaria) de 1,200 kgf/cm^2 , una presión de permanencia (presión secundaria) de 500 kgf/cm^2 y un tiempo de inyección/permanencia de 20 segundos para preparar una pieza de prueba de desgaste (cilindro hueco que tiene un diámetro exterior de 25,6 mm, un diámetro interno de 20 mm y una altura de 15 mm).

(EJEMPLO DE PRUEBA 2) (Composición de resina - Prueba de desgaste por fricción)

Para las piezas de ensayo de desgaste obtenidas en el Ejemplo de aplicación 5 y el Ejemplo de Aplicación Comparativo 2, se realizó una prueba de desgaste por fricción de Suzuki (carga de 10 kgf/cm^2 , velocidad periférica de 30 cm/seg, distancia de recorrido de 10 km) para determinar un coeficiente de fricción, una tasa de desgaste específica ($\text{mm}^3/\text{kgf}\cdot\text{km}$) y una tasa de desgaste específica ($\text{mm}^3/\text{kgf}\cdot\text{km}$) de un material opuesto. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

[TABLA 3]

		Ej. 1	Ej. Comp. 1
Composición	Ej. 1- Titanato de potasio amebico	30	-
	Fibra de hexatitanato de potasio	-	30
	Resina PPS	50	50
	Politetrafluoroetileno	10	10
	Sulfato de potasio	10	10
Prueba	Coeficiente de fricción	0,19	0,2
	Tasa de desgaste específica ($\text{mm}^3/\text{kgf}\cdot\text{km}$)	0,012	0,025
	Tasa de desgaste específica del material opuesto ($\text{mm}^3/\text{kgf}\cdot\text{km}$)	0	0

5 Como puede verse claramente en la Tabla 3, la pieza de prueba que usa el titanato de potasio amebiforme de la presente invención muestra una menor tasa de desgaste específica, en comparación con la pieza de prueba que usa fibras de hexatitanato de potasio convencionales, mientras que el material opuesto (acero al carbono, S45C) no muestra una tasa de desgaste específica.

(EJEMPLO DE PRUEBA 3) (Composición de resina - Prueba de tracción)

10 El moldeo por inyección se realizó en las mismas condiciones que en el Ejemplo de Aplicación 5 y el Ejemplo de Aplicación Comparativo 2 para preparar las muestras respectivas para una prueba de resistencia a la tracción: JIS K 7113 y una prueba de impacto Izod: JIS K 7110 y determinar sus respectivos valores.

[TABLA 4]

		Ej. 1	Ej. Comp. 1
Prueba	Resistencia a la tracción (kgf/cm ²)	1220	1180
	Valor de impacto Izod (kgf/cm ²)	8,5	6,6

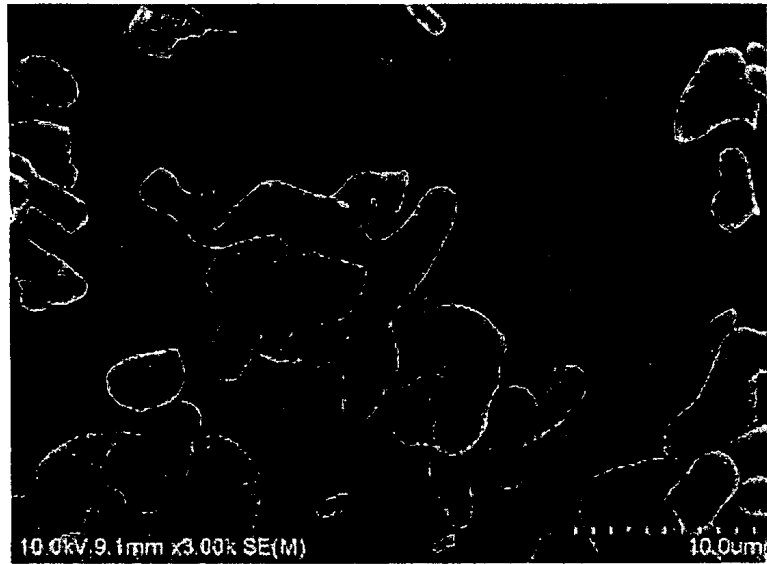
15 Como puede verse claramente en la Tabla 4, la pieza de prueba que usa el titanato de potasio amebiforme de la presente invención muestra un valor de impacto de Izod más alto.

20

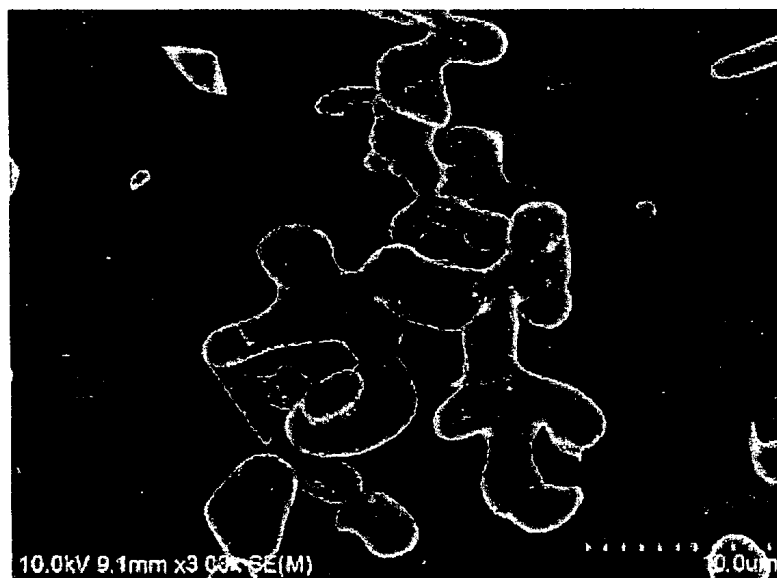
REIVINDICACIONES

- 5 1. Titanato de potasio representado por $K_2Ti_nO_{(2n+1)}$ ($n = 4,0 - 11,0$), **caracterizado por que** tiene el pico más alto de intensidad de difracción de rayos X(2θ) en el intervalo de $11,0^\circ$ - $13,5^\circ$ y su ancho medio no es menos de $0,5^\circ$, y por tener un diámetro medio de partícula en el intervalo de $5 - 20 \mu m$.
- 10 2. Un método para la fabricación de titanato de potasio según la reivindicación 1, que incluye los pasos de:
mezclar una fuente de titanio y una fuente de potasio mientras se muelen mecanoquímicamente;
cocer la mezcla molida para preparar dititanato de potasio; y
someter el dititanato de potasio a un tratamiento ácido para disolver un contenido de potasio del dititanato de potasio
15 y cocer el resultante, **caracterizado por que** la molienda mecanoquímica se consigue mediante un molino de vibración.
- 20 3. El método para la fabricación de titanato de potasio según la reivindicación 2, **caracterizado por que** la mezcla molida se cuece a una temperatura en el intervalo de $650 - 1.000^\circ C$.
- 25 4. El método para la fabricación de titanato de potasio según una cualquiera de las reivindicaciones 2 o 3, **caracterizado por que** el dititanato de potasio, después del tratamiento ácido, se cuece a una temperatura en el intervalo de $400-700^\circ C$.
- 30 5. Un material de fricción **caracterizado por que** contiene el titanato de potasio descrito en la reivindicación 1 o fabricado por el método mencionado en cualquiera de las reivindicaciones 2 - 4.
- 35 6. Una composición de resina **caracterizada por que** contiene el titanato de potasio descrito en la reivindicación 1 o fabricado por el método mencionado en cualquiera de las reivindicaciones 2 - 4.

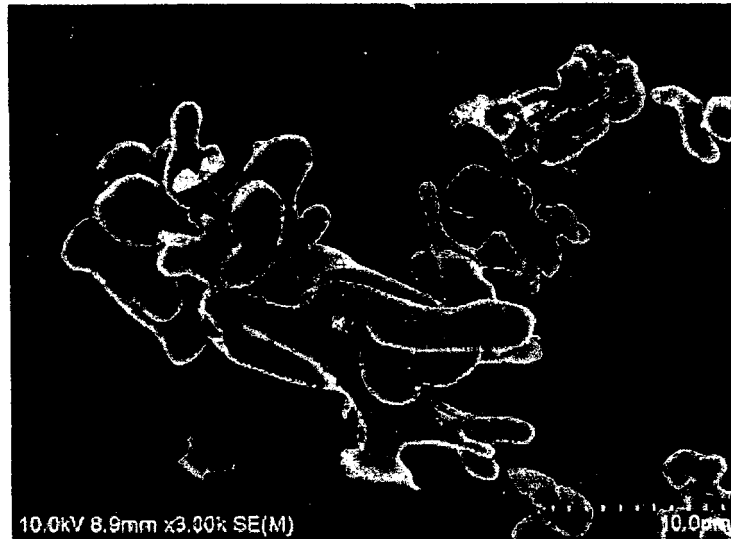
[FIG. 1]



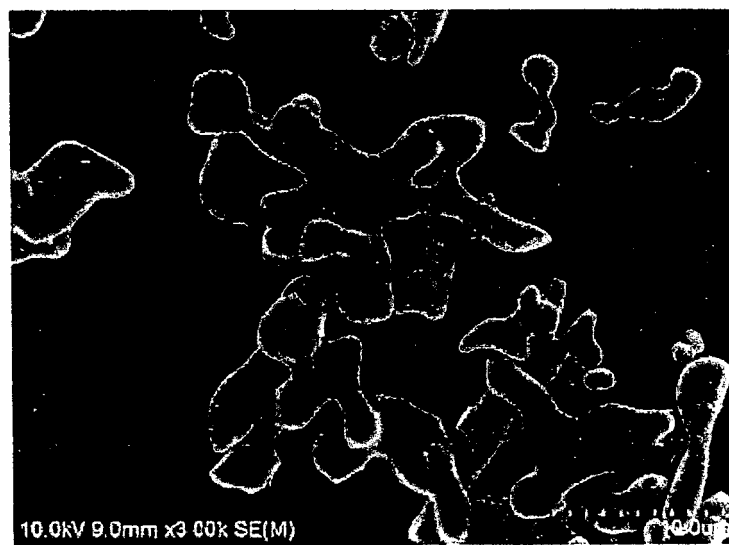
[FIG. 2]



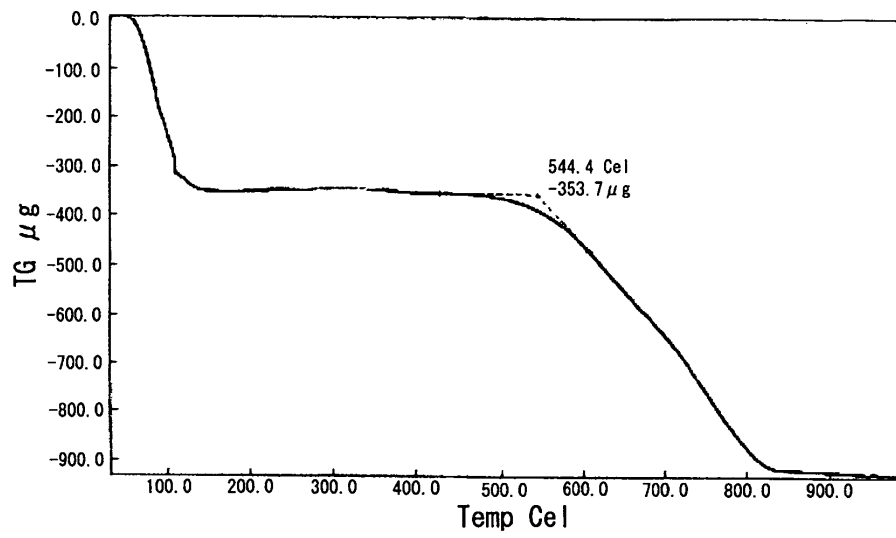
[FIG. 3]



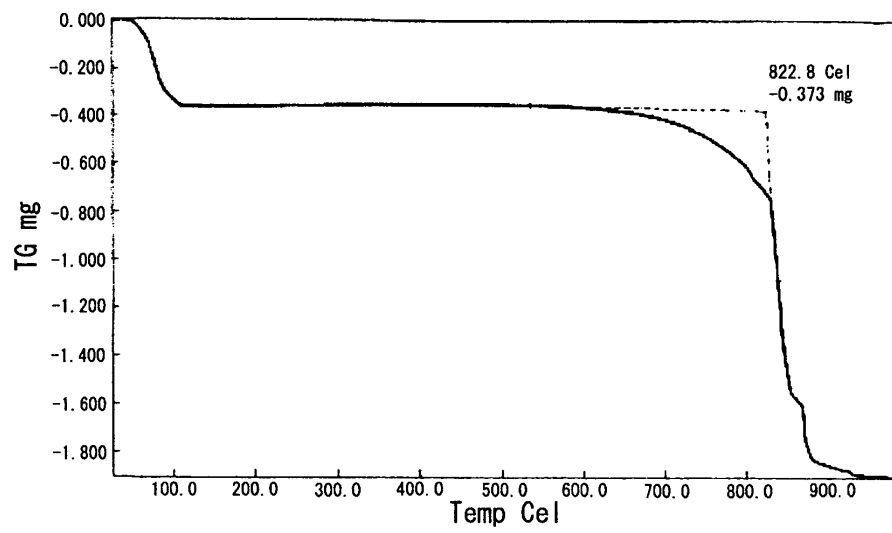
[FIG. 4]



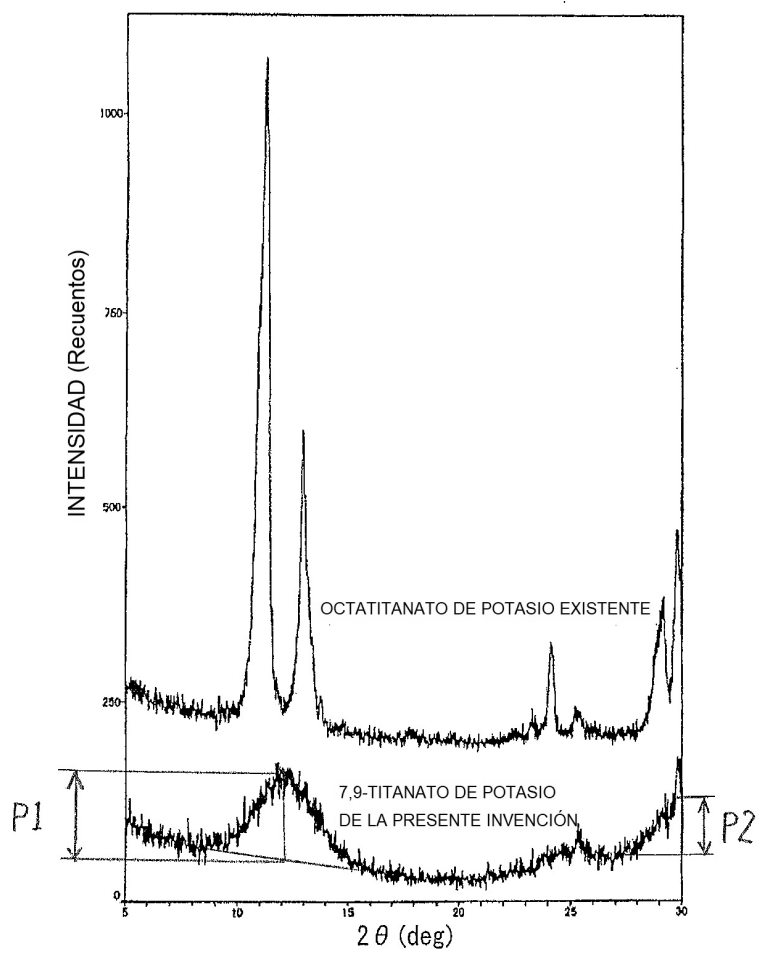
[FIG. 5]



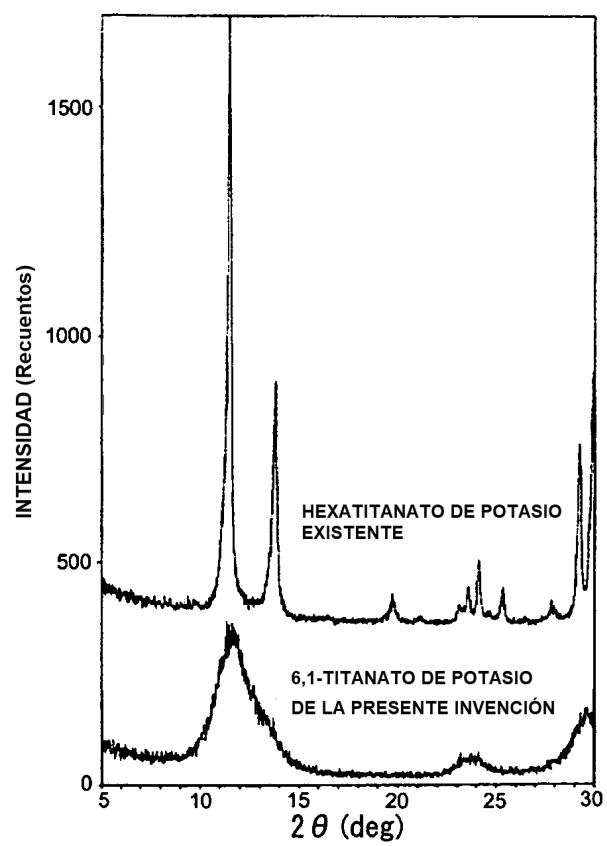
[FIG. 6]



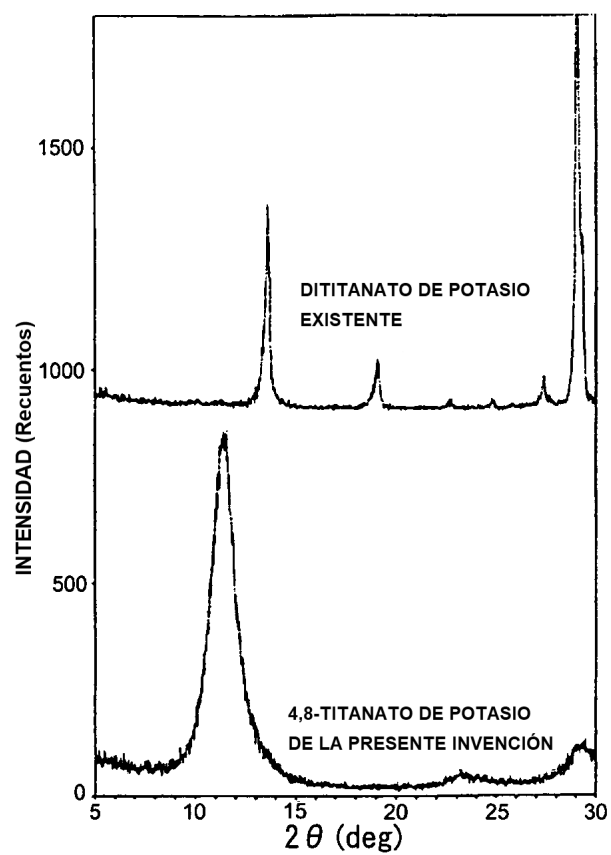
[FIG. 7]



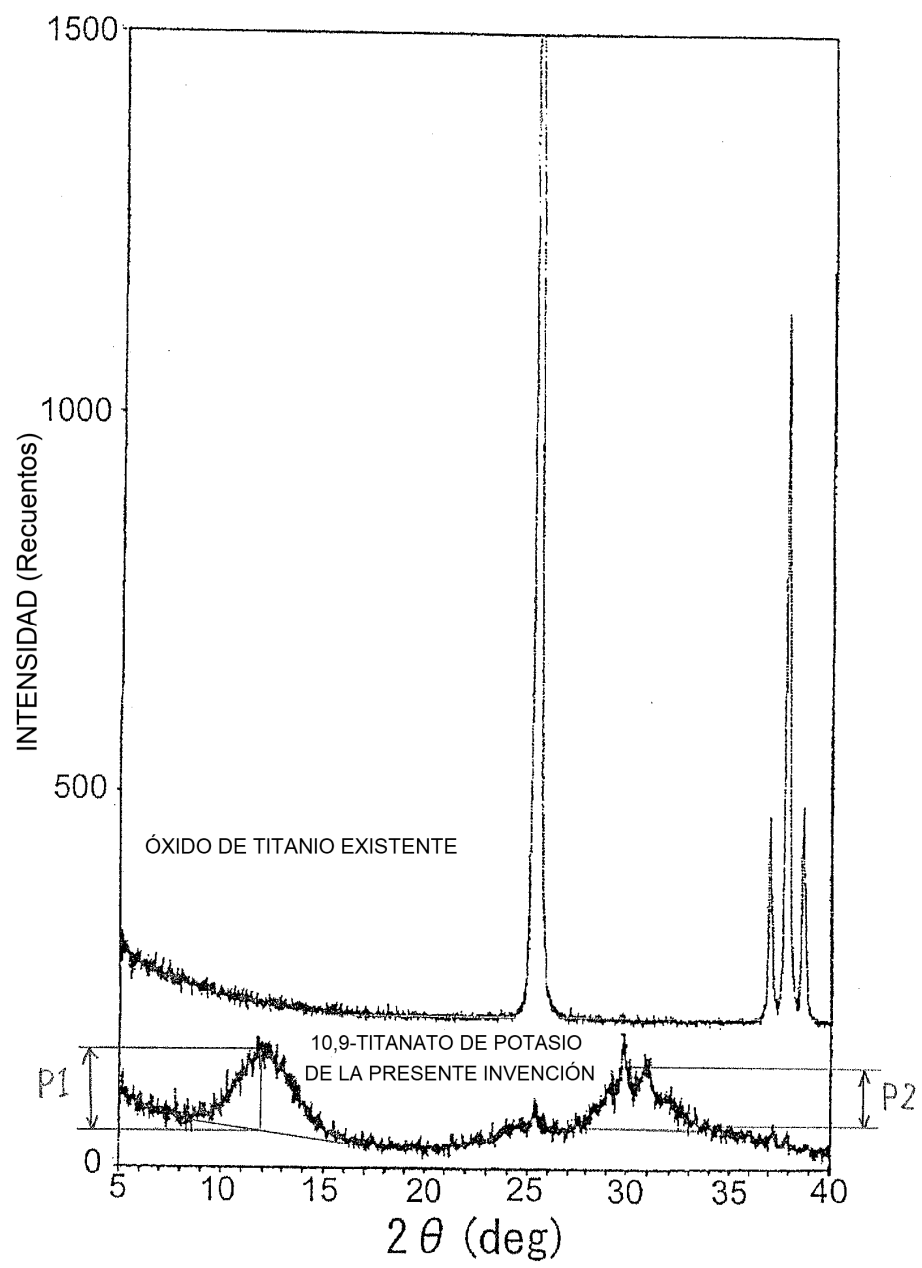
[FIG. 8]



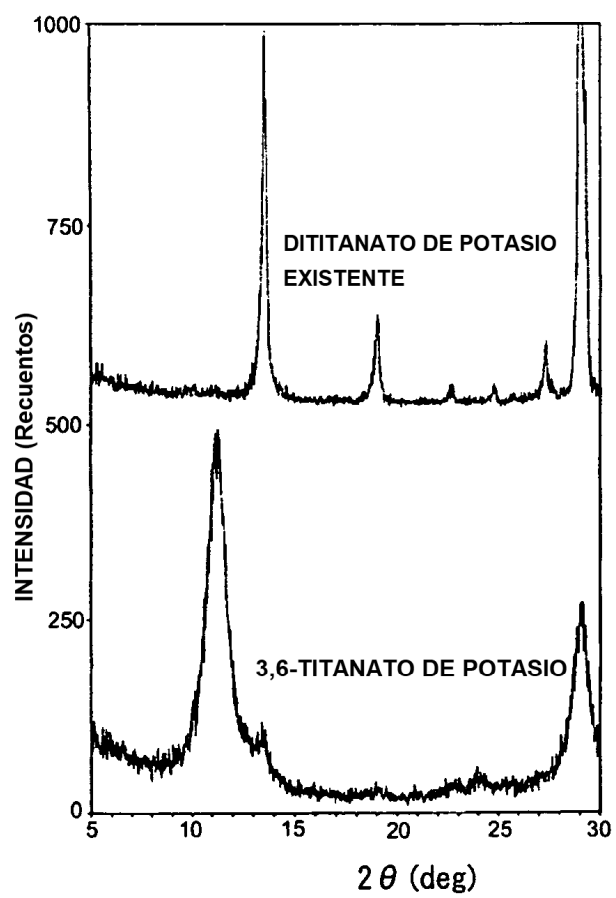
[FIG. 9]



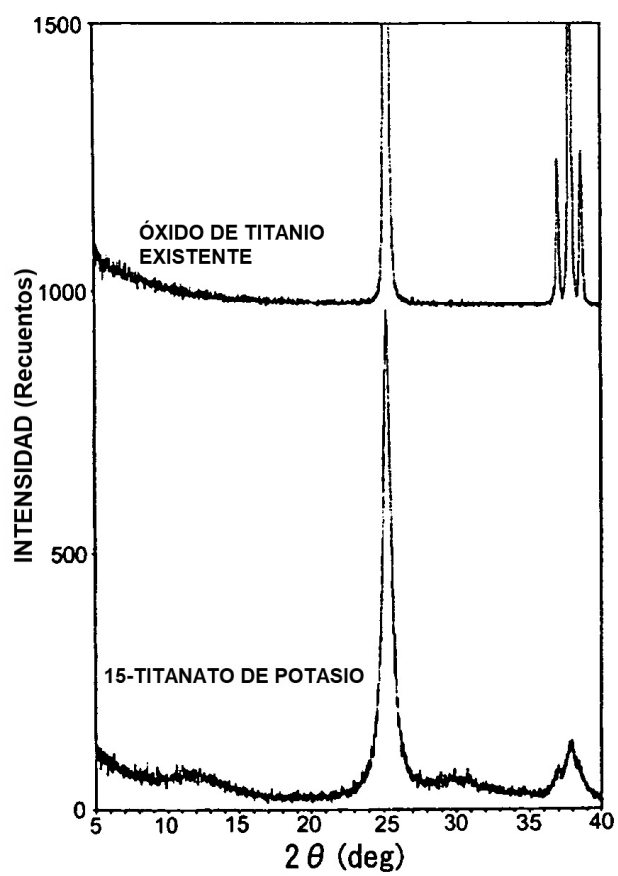
[Fig. 10]



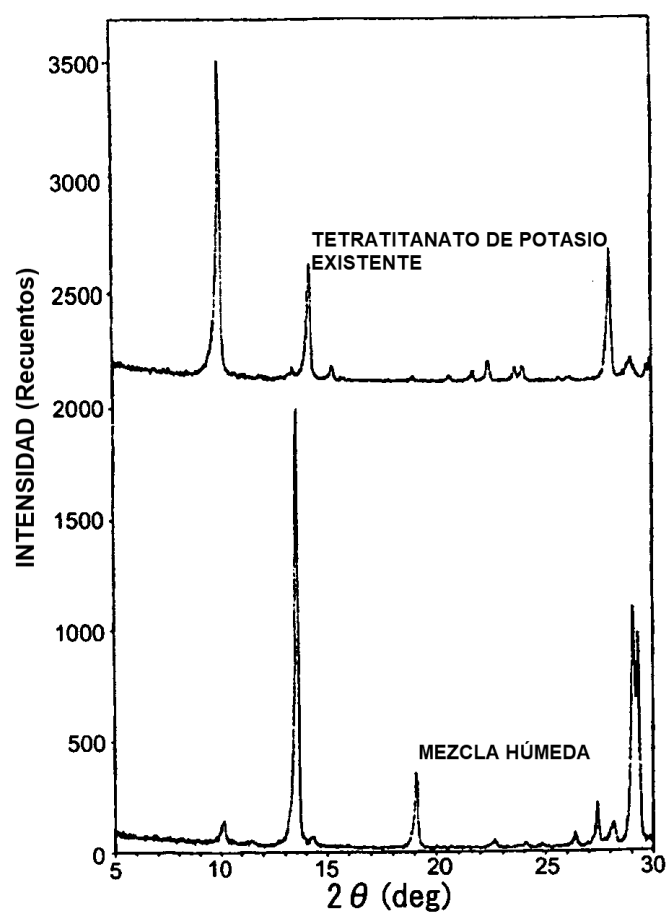
[FIG. 11]



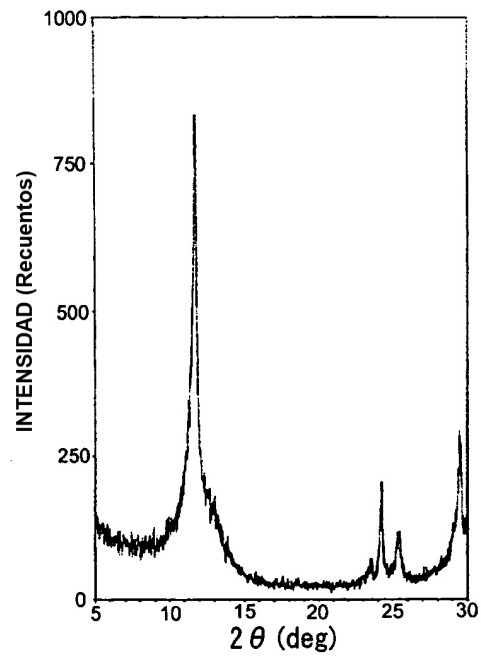
[FIG. 12]



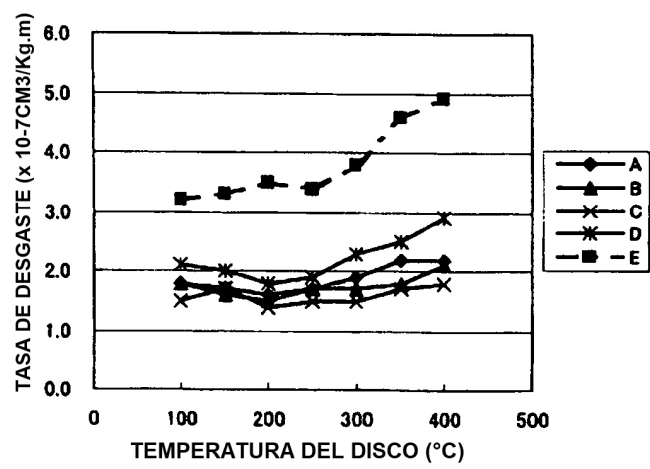
[FIG. 13]



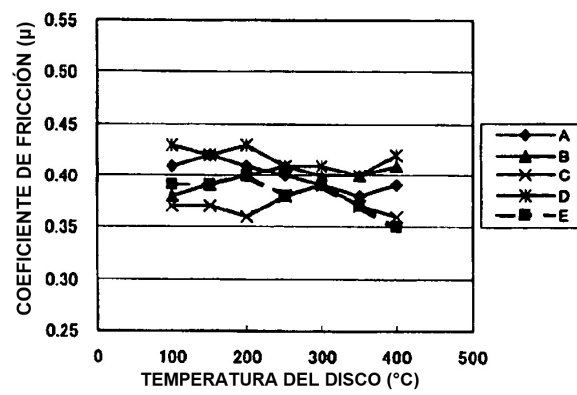
[FIG. 14]



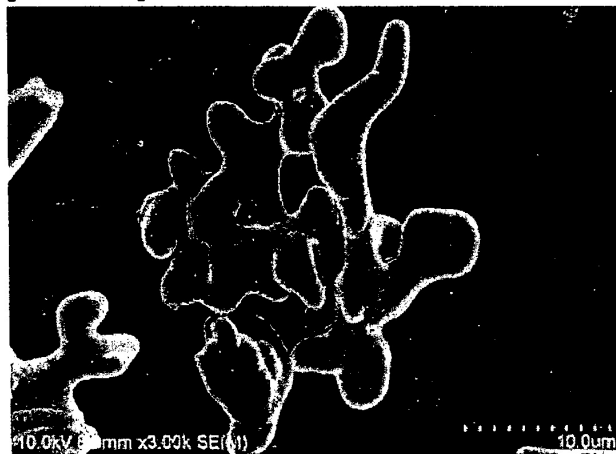
[FIG. 15]



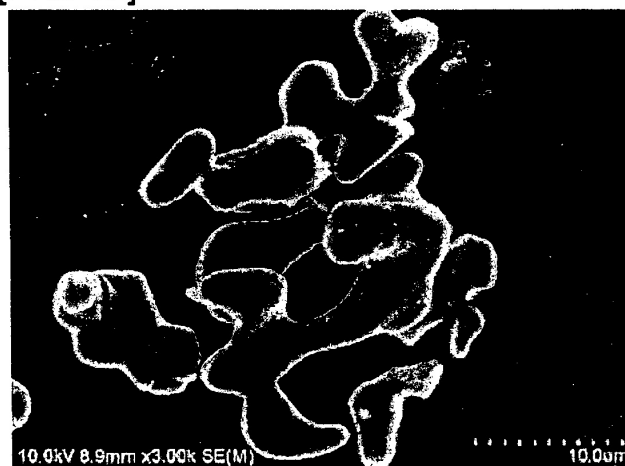
[FIG. 16]



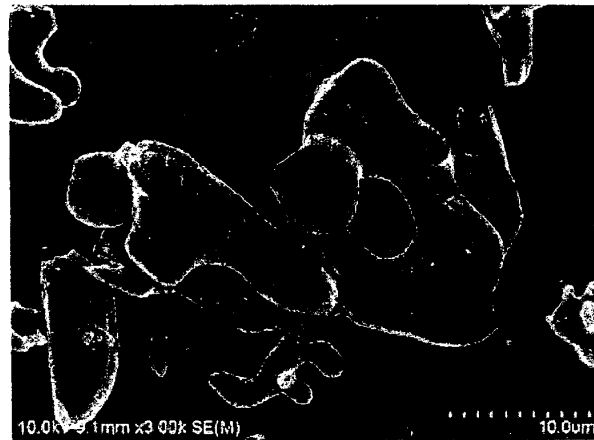
[FIG. 17]



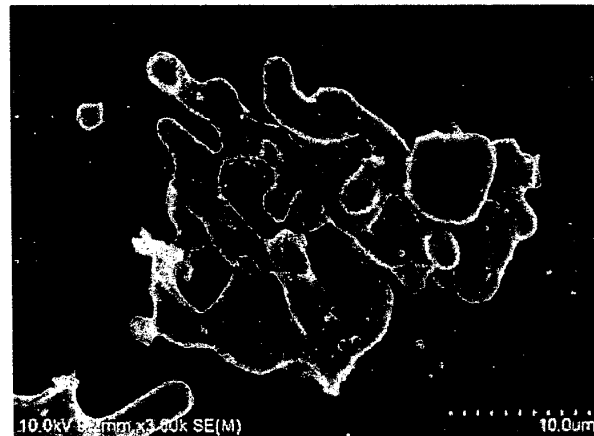
[FIG. 18]



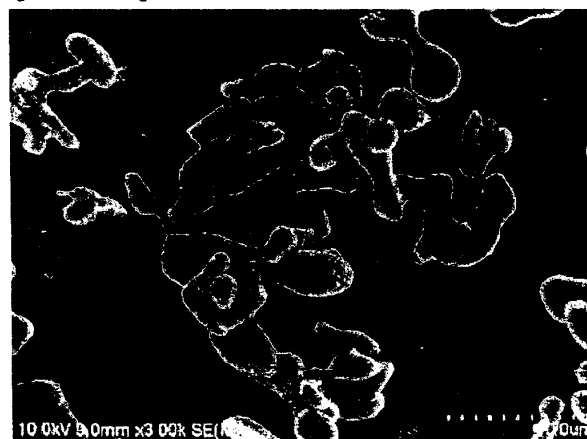
[FIG. 19]



[FIG. 20]



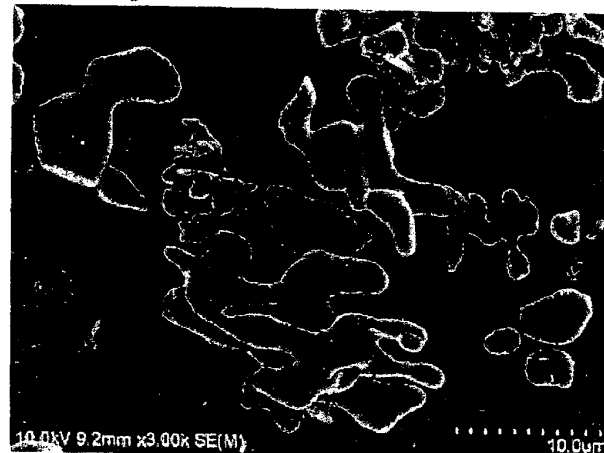
[FIG. 21]



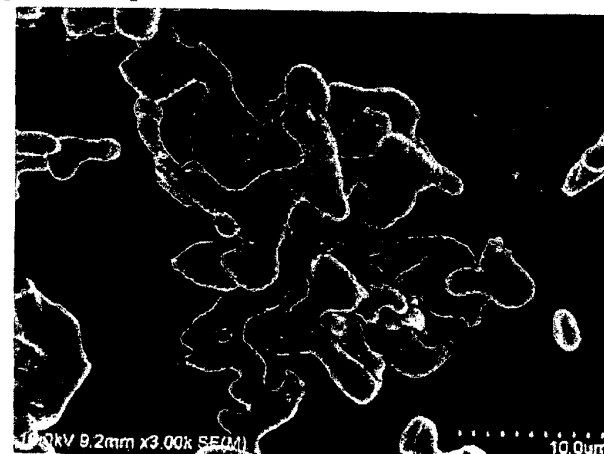
[FIG. 22]



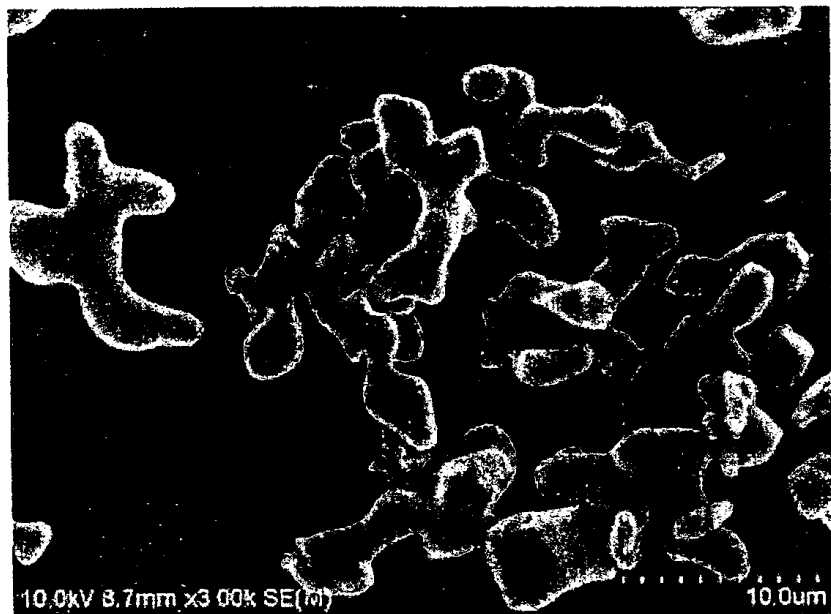
[FIG. 23]



[FIG. 24]



[FIG. 25]



[FIG. 26]

