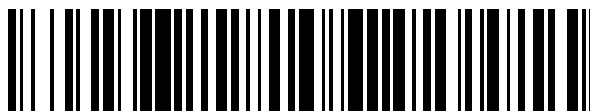


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 717 875**

51 Int. Cl.:

C01F 7/00 (2006.01)

C09C 1/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.11.2012 PCT/JP2012/079016**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.05.2013 WO13069742**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.11.2012 E 12848647 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2019 EP 2778137**

54 Título: **Hidrotalcita y método para su producción**

30 Prioridad:

11.11.2011 JP 2011247938

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

26.06.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**SHIGI NOBUKATSU;
TSUDA KOICHI y
ONISHI NAOMI**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 717 875 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

Hidrotalcita y método para su producción

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a hidrotalcita y a un método para producir hidrotalcita.

10 **Antecedentes en la técnica**

10 La hidrotalcita es uno de los compuestos representados por la fórmula $[M^{2+}_{1-x}M^{3+}_x(OH)_2][A^{n-}_{x/n} \cdot mH_2O]$ (donde M^{2+} representa un ion metálico divalente, M^{3+} representa un ion metálico trivalente, $A^{n-}_{x/n}$ representa un anión entre capas, x satisface la inequación $0 < x < 1$, n es la valencia de A , y m satisface la inequación $0 \leq m < 1$) y es una sustancia utilizada por ejemplo como catalizador, sustancia farmacéutica o un aditivo para resinas.

15 La hidrotalcita se da de forma natural, pero en cantidades pequeñas. Siendo así, generalmente se emplean hidrotalcitas sintéticas. Aunque se conocen varios métodos para sintetizar hidrotalcitas, las hidrotalcitas sintéticas, en general, tienen una calidad insuficiente dependiendo del uso pretendido. Por ejemplo, es deseable que la hidrotalcita que se utiliza como aditivo para resinas tenga un tamaño de partícula grande comparativamente. Por ejemplo, se emplea una sal de metal divalente (p.ej., un compuesto de magnesio, un compuesto de zinc) y una sal de metal trivalente (p.ej., un compuesto de aluminio) como materiales de la hidrotalcita. Para que crezcan las partículas suficientemente para producir una hidrotalcita con un tamaño de partícula grande, es necesario aumentar la reactividad de estos compuestos de metal como materiales para producir hidrotalcita. Por tanto, se han mejorado los métodos de producción en aspectos como por ejemplo el tipo de materiales y las condiciones de reacción.

25 Es necesario moler finamente el material de los compuestos de metal en un polvo base con un tamaño de partícula pequeño adecuado para la reacción a fin de aumentar la reactividad de los compuestos de metal. Así pues, se han tratado varios métodos para la molienda.

30 Un método adecuado para obtener un polvo fino es la molienda en húmedo con un molino de bolas utilizando bolas que contienen óxido de zirconio (p.ej., bolas de óxido de zirconio) (Bibliografía de patente 1, Bibliografía de patente 2).

35 La Bibliografía de patente 3 presenta un método para la fabricación de hidrotalcitas utilizando al menos un compuesto de un metal bivalente (Componente A) y al menos un compuesto de un metal trivalente (Componente B), donde al menos uno de estos componentes no se usa en forma de solución, caracterizado por que se somete a una molienda intensiva a) al menos uno de los Componentes A y/o B, que no se utiliza en forma de solución, poco antes del mezclado o durante el mezclado de los componentes, y/o b) la mezcla que contiene los Componentes A y B hasta que se obtiene un tamaño de partícula promedio (D_{50}) en el intervalo de aproximadamente 0,1 a 5 μm y, opcionalmente, tras el tratamiento de envejecimiento del tratamiento hidrotérmico, se separa, se seca y, opcionalmente, se calcina el producto de hidrotalcita resultante.

40 **Lista de citas**

45 Bibliografía de patente

Bibliografía de patente 1: JP 2006-017828 A
 Bibliografía de patente 2: JP 2004-269317 A
 Bibliografía de patente 3: US 2004/0141907 A1

50 **Sumario de la invención**55 **Problema técnico**

55 Sin embargo, el método indicado en la Bibliografía de patente 1 y la Bibliografía de patente 2, no es un método para producir hidrotalcita. Por consiguiente, no se sabe con detalle cuál sería el contenido en óxido de zirconio en la hidrotalcita ni en qué condiciones, si, de hecho, se utilizara un molino de bolas que contiene óxido de zirconio como molino de bolas en la producción de hidrotalcita. Asimismo, no se sabe con detalle qué tipo de influencia tendría la hidrotalcita en la resina si la hidrotalcita contiene óxido de zirconio y se utiliza como aditivo para la resina.

60 Los autores de la presente invención han observado que si la hidrotalcita resultante contiene cierta cantidad de óxido de zirconio o más y se mezcla la hidrotalcita en una resina como resina de poli(cloruro de vinilo), lamentablemente, la transparencia de la resina disminuye rápidamente.

65

Solución al problema

Los autores de la presente invención, por tanto, han realizado un exhaustivo estudio para controlar el contenido en óxido de zirconio en hidrotalcita. Como resultado, han observado que al controlar el aumento de temperatura asociado al calor generado por la suspensión en la molienda a 50 °C o menos se suprime el desgaste de las bolas en la molienda en húmedo y se controla el contenido en Zr en la hidrotalcita en 50 ppm o menos. Los autores de la invención han observado asimismo que el mezclado de hidrotalcita que tiene un contenido en Zr de 50 ppm o menos en una resina como poli(cloruro de vinilo) mejora significativamente la transparencia de la resina. Con lo cual, se ha completado la presente invención.

Es decir, el primer aspecto de la presente invención es el método de la reivindicación 1,

El contenido en Zr en el método para producir hidrotalcita mencionado es un valor obtenido al convertir la cantidad de cualquiera de los compuestos de zirconio (p.ej. óxido de zirconio) contenido en la hidrotalcita obtenida en la cantidad de Zr.

En una realización preferente, la etapa de preparación de la suspensión incluye además la adición de un compuesto que contiene grupo ácido carboxílico a la suspensión que contiene al menos un material seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos, óxidos y carbonatos de aluminio, magnesio o zinc para dar una concentración en sólidos de 25 % en masa o más a la suspensión.

En una realización preferente, la molienda en húmedo en la etapa de molienda en húmedo se realiza al mismo tiempo que se mantiene la temperatura de la suspensión a 40 °C o menos y se sintetiza hidrotalcita que tiene un contenido en Zr de 10 ppm o menos en la etapa de tratamiento hidrotérmico.

En una realización preferente, el método incluye además la etapa de filtración de la suspensión tras el tratamiento hidrotérmico para obtener hidrotalcita y un filtrado y poner en contacto el filtrado con un gas dióxido de carbono para recoger carbonato.

En una realización preferente, el compuesto que contiene ácido carboxílico es al menos un grupo ácido carboxílico que contiene un compuesto seleccionado entre ácidos grasos saturados, ácidos hidroxicarboxílicos, ácidos carboxílicos aromáticos, ácidos dicarboxílicos y ácidos oxocarboxílicos.

El segundo aspecto de la presente invención es hidrotalcita que se puede obtener a través del método mencionado, teniendo la hidrotalcita un área superficial específica BET de 1 m²/g a 30 m²/g, y un contenido en Zr de 50 ppm o menos.

Efectos ventajosos de la invención

La presente invención permite la producción de hidrotalcita que tiene un contenido en Zr controlado en 50 ppm o menos sometiendo la suspensión a molienda en húmedo, por ejemplo, con bolas de óxido de zirconio, al mismo tiempo que se mantiene la temperatura de la suspensión a 50 °C o menos. La hidrotalcita resultante que tiene un contenido en Zr de 50 ppm o inferior, cuando se mezcla en una resina como poli(cloruro de vinilo) proporciona una transparencia significativamente mejorada a la resina.

Breve descripción de los dibujos

[Fig. 1] Fig. 1 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 1.

[Fig. 2] Fig. 2 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 2.

[Fig. 3] Fig. 3 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 3.

[Fig. 4] Fig. 4 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 4.

[Fig. 5] Fig. 5 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 5.

[Fig. 6] Fig. 6 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 6.

[Fig. 7] Fig. 7 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo Comparativo 1.

[Fig. 8] Fig. 8 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo Comparativo 2.

[Fig. 9] Fig. 9 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo Comparativo 3.

[Fig. 10] Fig. 10 es un gráfico en el que se muestra el resultado de la medición XRD del producto obtenido en el

Ejemplo Comparativo 4.

Descripción de las realizaciones

5 La presente invención se describe en detalle a continuación.

El método de producción de la presente invención es un método para producir hidrotalcita a partir de materiales de un compuesto de aluminio y un compuesto de magnesio y/o un compuesto de zinc.

10 El método de producción de la presente invención incluye al menos una etapa de preparación de una suspensión (en adelante, se hace referencia a ella también como etapa de preparación de suspensión), la etapa de molienda en húmedo de las partículas de la suspensión (en adelante, se hace referencia a ella también como etapa de molienda en húmedo) y la etapa de tratamiento hidrotérmico. El método de producción puede incluir otras etapas diferentes a éstas según sea necesario.

15 Etapa de preparación de suspensión

La etapa de preparación de la suspensión es una etapa de preparación de una suspensión para su uso en la molienda en húmedo, como etapa precedente de la molienda en húmedo. La suspensión mencionada contiene al menos un material seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos, óxidos y carbonatos de aluminio, magnesio o zinc. Los materiales de hidrotalcita pueden estar en cualquier forma, como por ejemplo en forma de sólidos o soluciones. De hecho, muchos de los materiales de hidróxidos, óxidos y carbonatos preferentes mencionados son escasamente solubles en agua o en un disolvente y se utilizan por tanto en forma de sólidos. Si al menos uno de los materiales, concretamente un compuesto de magnesio, un compuesto de zinc y un compuesto de aluminio, no es soluble en un disolvente acuoso, se prepara una suspensión que se somete a una posterior molienda por mezclado de estos materiales y aditivos según sea necesario. Si hay varios materiales que no son solubles en un disolvente acuoso (p.ej., sólidos, polvo), se pueden mezclar uno, algunos o todos los materiales para formar la suspensión. Se añade el resto de los materiales a la suspensión en un punto entre la molienda en húmedo y el tratamiento hidrotérmico.

30 La concentración en sólidos de la suspensión no está particularmente limitada, pero es preferentemente de 1 a 70 % en masa.

35 En el intervalo mencionado, en particular, en el caso de que la concentración en sólidos de la suspensión sea de 1 % en masa inclusive a 25 % en masa exclusive, no aumenta mucho la viscosidad de la suspensión tras la molienda y, por tanto, no es necesario un aditivo especial o similar para fines como puedan ser disminuir la viscosidad. Siendo así, en el caso mencionado, puede prepararse una suspensión que contiene uno, algunos o todos los materiales mencionados para su uso en la posterior etapa de molienda en húmedo.

40 Por lo que respecta a la eficiencia de producción, la concentración en sólidos en este caso es más preferentemente de 10 % en masa inclusive a 25 % en masa exclusive.

45 En contraste, una concentración en sólidos de la suspensión de 25 % en masa o más alta aumenta la viscosidad de la suspensión en la molienda y con dicha viscosidad, disminuye la eficiencia de la molienda. Para solucionar esta situación, se añade un compuesto que contiene un grupo carboxílico a la suspensión. En tal caso, se puede someter a molienda una suspensión que tiene una concentración en sólidos de 25 % en masa o más alta sin problemas debido al aumento de la viscosidad.

50 La molienda para una suspensión altamente concentrada a la que se añade un compuesto que contiene ácido carboxílico es ventajosa por lo que respecta a la eficiencia de producción y el desgaste del medio de molienda. La concentración en sólidos mencionada es más preferentemente 30 % en masa o más alta.

55 El límite superior para la concentración de sólidos no está particularmente limitado si la molienda en húmedo puede realizarse satisfactoriamente. Aun así, la concentración en sólidos es generalmente preferentemente 70 % en masa o inferior, tal como se ha descrito y es más preferentemente 60 % en masa o inferior.

Entre los ejemplos específicos de los ácidos grasos saturados se incluyen, pero sin limitarse a ellos en particular, ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido enántico, ácido caprílico, ácido pelargónico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico y ácido behénico. Entre los ejemplos específicos de ácidos hidroxicarboxílicos se incluyen, pero sin limitarse a ellos en particular ácido láctico, ácido málico, ácido cítrico, ácido o-hidroxibenzoico, ácido m-hidroxibenzoico, ácido p-hidroxibenzoico y ácido salicílico. Entre los ejemplos específicos de ácidos carboxílicos aromáticos se incluyen, pero sin limitarse a ellos ácido benzoico, ácido ftálico, ácido isoftálico, ácido tereftálico, ácido salicílico, ácido gálico, ácido melítico y ácido cinámico. Entre los ejemplos específicos de ácidos dicarboxílicos se incluyen, pero sin limitarse a ellos en particular, ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido fumárico y ácido maleico. Entre los ejemplos específicos de ácidos oxocarboxílicos se incluyen, pero sin limitarse a ellos en

particular, ácido pirúvico, ácido ftalaldehídico, ácido isoftaldehídico, ácido tereftaldehídico, ácido 6-formil-2,3-dimetoxibenzoico, ácido o-acetilbenzoico, ácido m-acetilbenzoico, ácido p-acetilbenzoico, ácido o-benzoil-benzoico, ácido m-benzoilbenzoico, ácido p-benzoilbenzoico y ácido benzofenona-4,4'-dicarboxílico.

- 5 En particular, el compuesto que contiene ácido carboxílico es preferentemente un ácido graso saturado de C1 a C10 y más preferentemente ácido acético y un ácido graso saturado de C1 a C5.

10 El medio de suspensión para la suspensión no está particularmente limitado, pero es preferentemente agua. El medio de suspensión puede contener un medio/medios líquido(s) distinto(s) a agua siempre y cuando no se produzcan efectos adversos.

15 La concentración (o masa) del compuesto que contiene un grupo ácido carboxílico es preferentemente 5 g o menos, más preferentemente 3 g o menos, y más preferentemente aún 1 g o menos, por cada 100 g de contenido en sólidos.

El dispositivo de agitación utilizado para la preparación de una suspensión no está limitado en particular y puede ser por ejemplo un agitador o mezcladora como los utilizados generalmente.

20 Etapa de molienda en húmedo

25 Después de preparar la suspensión de acuerdo con esta descripción, se muele en húmedo el contenido en sólidos de la suspensión, de manera que se reduce el tamaño de los compuestos metálicos. En un uso específico, como pueda ser el uso como aditivo para resinas, es deseable una hidrotalcita con partículas suficientemente crecidas de un tamaño de partícula comparativamente grande. Con los materiales mencionados en bruto, es difícil obtener hidrotalcita con un tamaño de partícula grande y la forma del tamaño de partícula de la hidrotalcita resultante puede variar. Si no se realiza la molienda en húmedo, disminuye la reactividad del compuesto de aluminio que puede producir subproductos como boehmita ($\text{AlO}(\text{OH})$) y dawsonita ($\text{NaAl}(\text{OH})_2\text{CO}_3$). Por esta razón, la suspensión que contiene los materiales ha de someterse a molienda en húmedo para dar piezas finas de material y aumentar así la reactividad.

30 Tal como se ha descrito, la viscosidad de la suspensión no aumenta mucho si la concentración en sólidos de la suspensión es de 1 % en masa inclusive a 25 % en masa exclusive. Por tanto se carga la suspensión, sin ningún aditivo, en un molino de bolas utilizando bolas de óxido de zirconio o bolas de sílice y óxido de zirconio que se describen más adelante y se somete después a molienda en húmedo al mismo tiempo que se mantiene la temperatura de la suspensión a 50 °C o menos.

35 Una concentración en sólidos de 25 % en masa o más alta puede aumentar posiblemente la viscosidad de la suspensión significativamente a medida que tiene lugar la molienda. Siendo así, se añade un compuesto que contiene grupo ácido carboxílico a la suspensión para suprimir una elevación repentina de la viscosidad cuando se somete la suspensión a molienda en húmedo. También en este caso, se lleva a cabo la molienda en húmedo en un molino de bolas utilizando bolas de óxido de zirconio o bolas de sílice y óxido de zirconio al mismo tiempo que se mantiene la temperatura de la suspensión que contiene un compuesto que contiene un grupo ácido carboxílico a 50 °C o menos.

45 De esta forma, se puede someter a molienda una suspensión que tiene una concentración en sólidos de 25 % en masa o más alta sin problemas debidos al aumento de la viscosidad si la suspensión contiene un compuesto que contiene un grupo ácido carboxílico.

50 En la etapa de molienda en húmedo, se muelen las partículas en la suspensión, para proporcionar a las partículas un tamaño de partícula promedio D_{50} de 1,5 μm o menor y un D_{90} de 10 μm o menor, independientemente de que la concentración de la suspensión sea de 1 % en masa inclusive a 25 % en masa exclusive o sea 25 % en masa o más alta. El término D_{50} se refiere a un tamaño de partícula en el que el volumen acumulativo de las partículas más pequeñas constituye el 50 % del volumen de partícula total en una distribución del tamaño de partícula. El término D_{90} se refiere al tamaño de partícula en el que el volumen acumulativo de las partículas más pequeñas constituye el 90 % del volumen de partícula total en una distribución del tamaño de partícula. Los valores D_{50} y D_{90} pueden determinarse fácilmente, por ejemplo, con un medidor de la distribución de partículas disponible en el mercado.

60 La molienda en húmedo se lleva a cabo con un molino de bolas utilizando bolas. Para la molienda en húmedo, se suministra la suspensión mencionada en el molino de bolas. Un molino de bolas es un dispositivo que hace que las bolas (medio de molienda) se deslicen entre sí en una cámara de molienda para moler finamente y dispersar las partículas en una suspensión. La presente invención utiliza bolas de óxido de zirconio y bolas de sílice u óxido de zirconio como bolas.

65 Las bolas de óxido de zirconio tienen características de una alta resistencia, una alta tenacidad que proporciona una menor tendencia al agrietamiento y un alto peso específico. Teóricamente, un peso específico más alto proporcionar una mayor eficiencia de molienda y dispersión en la molienda en húmedo. La presente invención utiliza bolas de

óxido de zirconio que tienen un peso específico relativamente alto en comparación con otras bolas cerámicas.

5 Los molinos de bolas causan a veces un problema de contaminación (mezclado de sustancias extrañas) debido al desgaste de las perlas. Aunque es menos probable que se desgasten las perlas de óxido de zirconio, es difícil eliminar por completo la contaminación. Las perlas de sílice y óxido de zirconio tienen mayor probabilidad de desgastarse. Se ha observado según estudios que si no se controla la temperatura de la suspensión durante la molienda y se mezclan así los restos del desgaste del óxido de zirconio con la hidrotalcita resultante y si se incorpora la hidrotalcita en una resina, como por ejemplo resina de poli(cloruro de vinilo), la hidrotalcita proporciona una transparencia significativamente menor a la resina. Por consiguiente, en la presente invención, se controla la temperatura de la suspensión en 50 °C o menos y se controla el contenido en Zr en la hidrotalcita en 50 ppm o menos.

15 El contenido en Zr en la hidrotalcita es más preferentemente 10 ppm o inferior. Para controlar el contenido en Zr de la hidrotalcita en 10 ppm o inferior, preferentemente, se controla la temperatura de la suspensión durante la molienda en 40 °C o inferior.

20 Los autores de la presente invención han observado que al controlar la temperatura de la suspensión en la molienda en 50 °C o inferior se suprime el desgaste de las bolas en la molienda en húmedo y se controla el contenido en Zr de la hidrotalcita en 50 ppm o inferior. La temperatura de la suspensión puede controlarse en 50 °C o inferior, por ejemplo, enfriando el dispositivo de molienda en húmedo utilizando bolas de óxido de zirconio o bolas de sílice y óxido de zirconio durante la etapa de molienda en húmedo. De esta forma, se puede controlar el contenido en Zr de la hidrotalcita como producto final en 50 ppm o inferior.

25 El tiempo de molienda en la etapa de molienda en húmedo no está limitado en particular y puede seleccionarse apropiadamente de forma general entre varios minutos y varias horas, de manera que las partículas dispersoides en la suspensión tengan un tamaño de partícula secundario promedio D_{50} de 1,5 μm o menor y un D_{90} de 10 μm o menor.

30 Si el medio de suspensión contiene varios materiales escasamente solubles, se mezclan todos estos materiales y después se pueden moler en húmedo dichos materiales mixtos juntos en una etapa, o se puede moler en húmedo cualquiera de estos materiales y después se pueden moler por etapas los demás materiales. Se pueden moler individualmente los materiales y después mezclar los materiales. Asimismo, no es necesario moler en húmedo todos los materiales escasamente solubles en el medio de suspensión y moler en húmedo solamente parte de los materiales escasamente solubles.

35 Los aniones entre capas contenidos en la hidrotalcita no están limitados en particular, pero son preferentemente iones carbonato. Los iones carbonato pueden incorporarse en la suspensión en forma de gas dióxido de carbono o una sal, como por ejemplo hidrogenocarbonato o carbonato. El punto temporal en el que se añade el gas dióxido de carbono, hidrogenocarbonato o carbonato en la mezcla no está limitado en particular y puede ser antes o después de la molienda en húmedo. Es particularmente preferente mezclar el gas dióxido de carbono, hidrogenocarbonato o carbonato en la mezcla obtenida por molienda en húmedo.

Tratamiento hidrotérmico

45 Después de la molienda en húmedo, se añade el resto de los materiales que no requieren triturado a la suspensión y después se trata hidrotérmicamente la suspensión. El tratamiento hidrotérmico puede promover el crecimiento de partículas para sintetizar hidrotalcita que tiene un valor BET de 1 m^2/g a 30 m^2/g y un contenido en Zr de 50 ppm o inferior.

50 El tratamiento hidrotérmico no está limitado en particular, sino que se lleva a cabo generalmente en un vaso resistente al calor como pueda ser una autoclave. En este punto, la temperatura del tratamiento no está particularmente limitada, sino que es preferentemente de 120 °C a 250 °C, más preferentemente de 130 °C a 230 °C, y aún más preferentemente de 140 °C a 230 °C. La presión interna del vaso durante el tratamiento no está limitada en particular, pero es preferentemente de 0,1 a 10 MPa y, más preferentemente, de 0,2 a 4 MPa. El tiempo de tratamiento no está limitado en particular, pero es de 1 a 6 horas, por ejemplo, preferentemente de 1 a 4 horas.

Otras etapas

60 El método de producción de la presente invención puede incluir otra(s) etapa(s) diferentes a la etapa de preparación de suspensión, la etapa de molienda en húmedo y la etapa de tratamiento hidrotérmico que se han mencionado. Por ejemplo, el método de producción de la presente invención puede incluir la etapa (etapa de tratamiento superficial) de tratamiento de la superficie de partículas con un agente de tratamiento superficial según sea necesario tras la etapa de tratamiento hidrotérmico. Entre los ejemplos de agente de tratamiento superficial se incluyen ácidos grasos superiores, sales de metal de ácidos grasos superiores (jabón metálico), tensioactivos aniónicos, ésteres de fosfato y agentes de copulación, como por ejemplo agentes de copulación de silano, agentes de copulación de titanio y agentes de copulación de aluminio.

Entre los ejemplos más específicos de agentes de tratamiento superficial se incluyen ácidos grasos superiores como ácido esteárico, ácido oleico, ácido erúxico, ácido palmítico y ácido láurico; sales de metal como sal de litio, sal de sodio y sal de potasio de estos ácidos grasos superiores; tensioactivos aniónicos como sulfatos de alcoholes superiores (p.ej., alcohol estearílico, alcohol oleílico), sulfatos de éter polietilen glicol, sulfatos unidos a amida, sulfonatos ligados a éter, sulfonatos ligados a éster, alquil aril sulfonatos ligados a amina y alquil aril sulfonatos ligados a éter; ésteres de fosfato como mono- o di ésteres de ácido ortofosfórico y un alcohol (p.ej., alcohol oleílico, alcohol estearílico) y mezclas de estos ésteres que están en forma de ácido o sales de metal alcalino y sales de amina; agentes de copulación con silano, como viniletoxisilano, γ -metacriloxipropil trimetoxisilano, vinil(tris(2-metoxietoxi)silano y γ -amino propil trimetoxisilano; agentes de copulación de titanio como titanato de isopropil triisosteatoílo, tris(dioctilpirofosfato)titanato de isopropilo y titanato de isopropiltridecil bencenosulfonilo; y agentes de copulación alcalinos con diisopropilato de acetoalcoxi aluminio.

Si se realiza el tratamiento superficial, preferentemente se trata superficialmente la hidrotalcita añadiendo el agente de tratamiento superficial en una cantidad de 0,1 a 15 % en masa de la hidrotalcita y preferentemente de 0,5 a 5 % en masa de la hidrotalcita.

El método para el tratamiento superficial no está limitado particularmente y puede ser cualquier método apropiado como un método en húmedo o un método en seco conocido convencionalmente. En el caso del método en húmedo, se lleva a cabo el tratamiento superficial añadiendo el agente de tratamiento superficial en forma de una solución o una emulsión a la suspensión que contiene hidrotalcita mezclando suficientemente la mezcla resultante con agitación al mismo tiempo que se calienta la mezcla a 100 °C según sea necesario, filtrando la hidrotalcita y lavando y secando la hidrotalcita.

Tras el tratamiento hidrotérmico, se pueden realizar etapas como una etapa de filtración de la suspensión para obtener hidrotalcita y una etapa de lavado y secado, según sea necesario.

Por ejemplo, preferentemente, se filtra la suspensión tratada hidrotérmicamente para separar los sólidos (torta) que contienen hidrotalcita del filtrado y una continuación, se lavan los sólidos recogidos con agua según sea necesario. El número de veces para el lavado con agua no está limitado en particular. Tras esto, se recogen los sólidos filtrados y después se secan, por ejemplo, en un horno y se muelen en seco los sólidos secados según sea necesario. De esta manera, se puede obtener una hidrotalcita deseada.

En una realización preferente, el método de producción mencionado puede incluir además la etapa de poner en contacto el filtrado con gas dióxido de carbono. En el método de producción de la presente invención, se genera un carbonato como subproducto tras la reacción. Se convierte el carbonato en o cuando se pone en contacto y se hace reaccionar con gas dióxido de carbono (CO₂) (p.ej., Na₂CO₃→NaHCO₃). El hidrogenocarbonato resultante es reciclable y puede utilizarse como material de otra hidrotalcita. Por consiguiente, se puede resolver el problema de la eliminación del subproducto que ha venido siendo un problema de los métodos convencionales. La presente invención resulta ventajosa por tanto en el aspecto medioambiental y económico.

Hidrotalcita

La hidrotalcita producida según el método para producir hidrotalcita mencionado tiene un área superficial específica BET de 1 m²/g a 30 m²/g, preferentemente de 3 m²/g a 30 m²/g, y más preferentemente de 5 m²/g a 25 m²/g. El área superficial específica BET puede medirse utilizando un dispositivo de medición del área superficial específica/distribución de poro disponible en el mercado, por ejemplo, de acuerdo con JIS Z8830.

El contenido en Zr en la hidrotalcita se puede medir a través del siguiente método utilizando espectroscopia de emisión por plasma acoplado inductivamente (ICP).

A continuación, se muestra el método de análisis específico.

La medición se realiza con un ICP1700HVR de Seiko Instruments Inc. en las siguientes condiciones.

Se pesó con precisión una muestra (aproximadamente 2,5 g) en un vaso de precipitados y se añadió ácido nítrico (peso específico: 1,38, aproximadamente 5 ml) de modo que se disolviera la muestra. Se cargó la solución resultante en un matraz volumétrico de medición de 100 ml y se rellenó el matraz con agua de intercambio iónico. Se tomó la solución resultante como la solución de ensayo y se sometió la solución a medición en las siguientes condiciones. Utilizando los datos en bruto obtenidos, se calculó el contenido en Zr en las siguientes condiciones de cálculo.

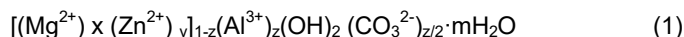
Las condiciones de medición se describen a continuación.

Se forma una curva de calibración a una longitud de onda de 339,295 nm con el espectroscopio mencionado y se someten a medición las muestras. La curva de calibración se obtiene utilizando tres muestras para la curva de calibración que contiene Zr en concentraciones de 0, 0,5 y 1,0 ppm, respectivamente, por ejemplo.

Las condiciones del cálculo son las siguientes.

$$\text{Zr (ppm)} = \text{datos en bruto} \times 100/\text{muestra (g)}$$

- 5 Los ejemplos específicos de hidrotalcita obtenidos a través del método mencionado incluyen hidrotalcitas representadas por la siguiente fórmula (1):



- 10 donde x, y, z, y m son valores que satisfacen las inequaciones $0,5 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 0,5$, $x+y=1$, $0,1 \leq z \leq 0,5$, y $0 \leq m < 1$.

Las hidrotalcitas también satisfacen las siguientes condiciones (1) a (8) en la difracción de rayos X:

- 15 (1) la relación de intensidad del pico de $2\theta=39$ (grados) con respecto al pico de $2\theta=60,7$ (grados) es 0,3 o más,
 (2) la relación de intensidad del pico de $2\theta=39$ (grados) con respecto al pico de $2\theta=62$ (grados) es 0,3 o más,
 (3) la relación de intensidad del pico de $2\theta=46.5$ (grados) con respecto al pico de $2\theta=60,7$ (grados) es 0,25 o más,
 (4) la relación de intensidad del pico de $2\theta=46.5$ (grados) con respecto al pico de $2\theta=62$ (grados) es 0,25 o más,
 (5) la relación de intensidad del pico de $2\theta=53$ (grados) con respecto al pico de $2\theta=60,7$ (grados) es 0,05 o más,
 20 (6) la relación de intensidad del pico de $2\theta=53$ (grados) con respecto al pico de $2\theta=62$ (grados) es 0,05 o más,
 (7) la relación de intensidad del pico de $2\theta=56.4$ (grados) con respecto al pico de $2\theta=60,7$ (grados) es 0,03 o más, and
 (8) la relación de intensidad del pico de $2\theta=56.4$ (grados) con respecto al pico de $2\theta=62$ (grados) es 0,03 o más.

- 25 La hidrotalcita obtenida a través de las etapas mencionadas puede utilizarse convenientemente por ejemplo como aditivo para resinas y la resina a la que se añade la hidrotalcita obtenida presenta unas características excelentes por lo que se refiere a la resistencia térmica, la resistencia térmica de prensado y la transparencia.

Ejemplos

- 30 La presente invención se describe con mayor detalle mediante ejemplos. Dichos ejemplos no deberán limitar el alcance de la invención. En los ejemplos, las "parte(s)" y los "%" se refieren respectivamente a "parte(s) en masa" y "%" en masa, a no ser que se especifique lo contrario.

- 35 (Método de medición de D_{50} y D_{90})

En los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos, se midieron D_{50} y D_{90} en una suspensión con un medidor de la distribución del tamaño de partícula (Microtrac MT3300EX de Nikkiso Co., Ltd.). Concretamente, se preparó una solución acuosa al 0,025 % en peso (180 ml) de hexametáfosfato sódico en una cámara de muestras en el dispositivo de medición (medidor de la distribución del tamaño de partícula). Se vertió en la solución una muestra (aproximadamente 0,1 g). Se sometió la mezcla resultante a una medición que incluyó hacer circular la mezcla con la función de dispersión ultrasónica del dispositivo de medición a un caudal ultrasónico de 50 % y una potencia de 30 W durante 120 segundos. Se llevó a cabo la medición dos veces y se tomó el promedio de los valores medidos como un valor de medición.

- 45 (Método para medir la conductividad eléctrica)

Se midió la conductividad eléctrica de agua para lavado utilizando un medidor conductivo (medidor de conductividad eléctrico CM-40S) de DKK-TOA Corporation. La temperatura de medición para la muestra fue 25 °C.

- 50 (Método para medir el área superficial específica BET)

Se midió el área superficial específica BET de acuerdo con JIS Z8830,

- 55 (Método para medir XRD)

Se midió la XRD utilizando RINT-TTR III de Rigaku Corporation en las siguientes condiciones.

- 60 Se cargó la muestra (aproximadamente 3 g) en un soporte y se sometió a medición en las condiciones de medición A. Se procesaron los datos en bruto obtenidos en las condiciones de procesamiento de datos B, de modo que se determinó XRD en las condiciones de búsqueda del pico C.

Condiciones de medición A

- 65 Ángulo 2θ : de 37 a 70 (grados)
 Amplitud de muestreo: 0,01°

Velocidad de exploración: 1°/min
 Voltaje: 50 kV
 Corriente eléctrica: 300 mA

5 Condiciones de procesamiento de datos B

Fondo: ajuste de línea recta, umbral = 3,0, compensación de fondo = 0,3
 Eliminación pico K α 2: eliminado
 Alisamiento: Alisamiento de ondículas 2.1

10

Condiciones de búsqueda de picos C

Tipo de filtro: filtro de parábola 31
 Determinación del valor pico: Parte superior del pico

15

Pico K α 2: eliminado de la lista
 Umbral e intervalo: umbral = 0,5, límite de intensidad del pico = 0,5, intervalo de determinación de fondo = 5
 Punto de ecualización de fondo = 15

20

(Ejemplo 1) Producción de hidrotalcita

Se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio ($D_{50} = 4,0 \mu\text{m}$, 447,3 g), hidróxido de aluminio ($D_{50} = 8,0 \mu\text{m}$, 299,2 g) y agua en una cantidad que da una cantidad total de la mezcla de 3 l. Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D_{50} de $10 \mu\text{m}$ y una D_{90} de $75 \mu\text{m}$. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNOMILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se sometió a molienda en húmedo la suspensión durante 18 minutos (tiempo residual) al mismo tiempo que se mantenía la temperatura de la suspensión a $40 \text{ }^\circ\text{C}$ o inferior durante la molienda. La suspensión tenía una D_{50} de $1,0 \mu\text{m}$, una D_{90} de $3,5 \mu\text{m}$ y una viscosidad de $5000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Se añadió a la suspensión (2 l) que había sido sometida a molienda hidrógeno carbonato de sodio en una cantidad de 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. Se transfirió la suspensión (3 l) a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a $170 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a $95 \text{ }^\circ\text{C}$, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico ($35 \text{ }^\circ\text{C}$, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue $50 \mu\text{S}/\text{cm}$ ($25 \text{ }^\circ\text{C}$). Se secó la torta lavada con agua obtenida a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 1 es un gráfico en el que se muestran los resultados de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 1. El gráfico de la Fig. 1 presenta los picos de difracción atribuidos a hidrotalcita que tiene picos principales en torno a 2θ (grados) = 12. De este modo, se identificó el producto como hidrotalcita. La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de $11,5 \text{ m}^2/\text{g}$ y un contenido en Zr de 5 ppm. El área superficial específica BET de la hidrotalcita antes del tratamiento superficial con ácido esteárico fue $14,0 \text{ m}^2/\text{g}$.

45

(Ejemplo 2) Producción de hidrotalcita

Se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio ($D_{50} = 4,0 \mu\text{m}$, 447,3 g), hidróxido de aluminio ($D_{50} = 8,0 \mu\text{m}$, 299,2 g) y agua en una cantidad que da una cantidad total de la mezcla de 3 l. Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D_{50} de $10 \mu\text{m}$ y una D_{90} de $75 \mu\text{m}$. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNOMILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se sometió a molienda en húmedo la suspensión durante 18 minutos (tiempo residual) al mismo tiempo que se mantenía la temperatura de la suspensión a $50 \text{ }^\circ\text{C}$ o inferior durante la molienda. La suspensión tenía una D_{50} de $1,0 \mu\text{m}$, una D_{90} de $3,5 \mu\text{m}$ y una viscosidad de $4800 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Se añadió a la suspensión (2 l) que había sido sometida a molienda hidrógeno carbonato de sodio en una cantidad de 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. Se transfirió la suspensión (3 l) a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a $170 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a $95 \text{ }^\circ\text{C}$, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico ($35 \text{ }^\circ\text{C}$, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue $50 \mu\text{S}/\text{cm}$ ($25 \text{ }^\circ\text{C}$). Se secó la torta lavada con agua obtenida a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. Fig. 2 es un gráfico en el que se muestran los resultados de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 2. A partir de los picos de difracción en el gráfico presentado en la Fig. 2, se identificó el producto como hidrotalcita.

65

La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 11,5 m²/g y un contenido en Zr de 45 ppm.

(Ejemplo comparativo 1) Producción de hidrotalcita

5 Se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio (D₅₀ = 4,0 µm, 447,3 g), hidróxido de aluminio (D₅₀ = 8,0 µm, 299,2 g) y agua en una cantidad que da una cantidad total de la mezcla de 3 l. Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D₅₀ de 10 µm y una D₉₀ de 75 µm. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNO-MILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se
10 sometió a molienda en húmedo la suspensión durante 18 minutos (tiempo residual) al mismo tiempo que se mantenía la temperatura de la suspensión a 55 °C o inferior durante la molienda. La suspensión tenía una D₅₀ de 1,0 µm, a D₉₀ de 3,5 µm y una viscosidad de 4400 mPa·s. Se añadió a la suspensión (2 l) que había sido sometida a molienda hidrógeno carbonato de sodio en una cantidad de 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. Se transfirió la suspensión (3 l) a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a 170 °C
15 durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 50 µS/cm (25 °C). Se secó la torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 7 es un gráfico en el que se muestran los resultados de las mediciones XRD del producto obtenido en el Ejemplo comparativo 1. A partir de los picos de difracción en el gráfico presentado en la Fig. 7, se
20 identificó el producto como hidrotalcita.

25 La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 11,5 m²/g y un contenido en Zr de 55 ppm.

(Ejemplo comparativo 2) Producción de hidrotalcita

30 Se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio (D₅₀ = 4,0 µm, 447,3 g), hidróxido de aluminio (D₅₀ = 8,0 µm, 299,2 g) y agua en una cantidad que da una cantidad total de la mezcla de 3 l. Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D₅₀ de 10 µm y una D₉₀ de 75 µm. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNO-MILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se
35 sometió a molienda en húmedo la suspensión durante 18 minutos (tiempo residual). La suspensión tenía una D₅₀ de 1,0 µm, a D₉₀ de 4 µm y una viscosidad de 4000 mPa·s. La temperatura final de la suspensión fue 65 °C. Se enfrió la suspensión que había sido sometida a la molienda a temperatura ambiente. Se añadió a la suspensión (2 l), hidrógeno carbonato de sodio en una cantidad de 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. Se transfirió la suspensión (3 l) a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a 170 °C durante 2
40 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 60 µS/cm (25 °C). Se secó la torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 8 es un gráfico en el que se muestran los resultados de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo comparativo 2. A partir de los picos de difracción en el gráfico presentado en la Fig. 8, se identificó el producto como
45 hidrotalcita.

50 La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 12,0 m²/g y un contenido en Zr de 100 ppm.

(Ejemplo 3) Producción de hidrotalcita

55 Se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio (D₅₀ = 4,0 µm, 447,3 g), hidróxido de aluminio (D₅₀ = 8,0 µm, 299,2 g) y agua en una cantidad que da una cantidad total de la mezcla de 3 l. Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D₅₀ de 10 µm y una D₉₀ de 75 µm. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNO-MILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se
60 sometió a molienda en húmedo la suspensión durante 18 minutos (tiempo residual) al mismo tiempo que se mantenía la temperatura de la suspensión a 40 °C o inferior durante la molienda. La suspensión tenía una D₅₀ de 1,0 µm, a D₉₀ de 3,5 µm y una viscosidad de 5000 mPa·s. Se añadió a la suspensión (2 l) que había sido sometida a molienda, carbonato sódico en una cantidad de 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. Se transfirió la suspensión (3 l) a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a 170 °C durante 2
65 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se

añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 60 µS/cm (25 °C). Se secó la torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 3 es un gráfico en el que se muestran los resultados de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 3, A partir de los picos de difracción en el gráfico presentado en la Fig. 3, se identificó el producto como hidrotalcita.

La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 12,5 m²/g y un contenido en Zr de 5 ppm.

(Ejemplo 4) Producción de hidrotalcita

Se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio (D₅₀ = 4,0 µm, 391,4 g), óxido de zinc (D₅₀ = 7,5 µm, 78,1 g), hidróxido de aluminio (D₅₀ = 8,0 µm, 299,2 g) and agua en una cantidad que da una cantidad total de la mezcla de 3 l. Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D₅₀ de 10 µm y una D₉₀ de 75 µm. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNO-MILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se sometió a molienda en húmedo la suspensión durante 18 minutos (tiempo residual) al mismo tiempo que se mantenía la temperatura de la suspensión a 40 °C o inferior durante la molienda. La suspensión tenía una D₅₀ de 1,0 µm, a D₉₀ de 3,5 µm y una viscosidad de 5000 mPa·s. Se añadió a la suspensión (2 l) que había sido sometida a molienda hidrógeno carbonato de sodio en una cantidad de 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. Se transfirió la suspensión (3 l) a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a 170 °C durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 50 µS/cm (25 °C). Se secó la torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 4 es un gráfico en el que se muestran los resultados de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 4. A partir de los picos de difracción en el gráfico presentado en la Fig. 4, se identificó el producto como hidrotalcita.

La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 9,1 m²/g y un contenido en Zr de 5 ppm.

(Ejemplo 5) Producción de hidrotalcita

Se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio (D₅₀ = 4,0 µm, 894.7 g), hidróxido de aluminio (D₅₀ = 8,0 µm, 598,3 g) y agua en una cantidad que da una cantidad total de la mezcla de 3 l. Se mezcló la mezcla además con ácido acético (reactivo, 9,0 g). Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D₅₀ de 10 µm y una D₉₀ de 75 µm. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNO-MILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se sometió a molienda en húmedo la suspensión durante 18 minutos (tiempo residual) al mismo tiempo que se mantenía la temperatura de la suspensión a 40 °C o inferior durante la molienda. La suspensión tenía una D₅₀ de 1,0 µm, a D₉₀ de 3,5 µm y una viscosidad de 1500 mPa·s. A continuación, se extrajo la suspensión del dispositivo de molienda en húmedo. Se añadió a la suspensión (1 l) que había sido sometida a molienda, hidrógeno carbonato de sodio en una cantidad de 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. Se transfirió la suspensión (3 l) a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a 170 °C durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se filtraron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 50 µS/cm (25 °C). Se secó la torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 5 es un gráfico en el que se muestran los resultados de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 5. A partir de los picos de difracción en el gráfico que se presenta en la Fig. 5, se identificó el producto como hidrotalcita.

La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 11,5 m²/g y un contenido en Zr de 5 ppm.

(Ejemplo comparativo 3) Producción de hidrotalcita

Se preparó una suspensión de la misma manera que la del Ejemplo 5 a excepción de que no se realizó la molienda en húmedo. Se trató hidrotérmicamente la suspensión preparada. Se trató hidrotérmicamente la suspensión preparada en una autoclave a 170 °C durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con

contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración. Se lavó la torta de filtro obtenida con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml). La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 90 µS/cm (25 °C). Se secó la

5 torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 9 es un gráfico en el que se muestran los resultados de las mediciones XRD del producto obtenido en el Ejemplo comparativo 3. Tal como se muestra en el gráfico de la Fig. 9, se detectaron los picos de difracción atribuidos a boehmita (AlO(OH)), un subproducto, así como los picos de difracción atribuidos a hidrotalcita.

10 El producto obtenido tenía un área superficial específica BET de 15,0 m²/g y un contenido en Zr de 0 ppm.

(Ejemplo comparativo 4) Producción de hidrotalcita

Se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio (D₅₀ = 4,0 µm, 894.7 g), hidróxido de aluminio (D₅₀ = 8,0 µm, 598,3 g) y agua en una cantidad que da una cantidad total de la mezcla de 3 l. Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D₅₀ de 10 µm y una D₉₀ de 75 µm. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNO-MILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se sometió la suspensión a molienda al mismo tiempo que se mantenía la temperatura de la suspensión a 40 °C o inferior, pero la viscosidad aumentó repentinamente inmediatamente después del comienzo de la molienda. Al cabo de aproximadamente 5 minutos (tiempo residual), se detuvo el motor de accionamiento por la sobrecarga. La suspensión tenía una D₅₀ de 4,0 µm, a D₉₀ de 8,0 µm y una viscosidad de 9000 mPa·s. Se añadió a la suspensión (1 l) que había sido sometida a molienda, hidrógeno carbonato sódico en una cantidad de 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. La suspensión (3 l) se transfirió a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a 170 °C durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 90 µS/cm (25 °C). Se secó la torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 10 es un gráfico en el que se muestran los resultados XRD del producto obtenido en el Ejemplo comparativo 4. A partir de los picos de difracción en el gráfico que se presenta en el Fig. 10, se identificó el producto como hidrotalcita.

35 La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 13,5 m²/g y un contenido en Zr de 3 ppm.

(Ejemplo 6) Producción de hidrotalcita

40 Se filtró la suspensión que contenía hidrotalcita obtenida según el método de producción del Ejemplo 5 para producir una torta de filtro y un filtrado. Se aireó el filtrado con gas dióxido de carbono hasta que disminuyó el pH de 10,0 a 8,0. Se filtró la solución de reacción resultante. Se convirtió el filtrado de una solución de carbonato de sodio a una solución de hidrógeno carbonato de sodio. Por separado, se cargó un vaso de 5 litros con hidróxido de magnesio (D₅₀ = 4,0 µm, 894.7 g), hidróxido de aluminio (D₅₀ = 8,0 µm, 598,3 g) y agua en una cantidad que da una cantidad

45 total de la mezcla de 3 l. Se siguió mezclando la mezcla con ácido acético (reactivo, 9,0 g). Se agitó la mezcla durante 10 minutos, de tal manera que se preparó una suspensión. La suspensión tuvo una D₅₀ de 10 µm y una D₉₀ de 75 µm. Se suministró la suspensión en un dispositivo de molienda en húmedo que tenía una unidad de refrigeración (DYNO-MILL MULTILAB de SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, cargada con bolas de óxido de zirconio). Se sometió a molienda en húmedo la suspensión durante 18 minutos (tiempo residual) al mismo tiempo que se mantenía la temperatura de la suspensión a 40 °C o inferior durante la molienda. La suspensión tenía una D₅₀ de 1,0 µm, a D₉₀ de 4 µm y una viscosidad de 1500 mPa·s. A continuación, se extrajo la suspensión del dispositivo de molienda en húmedo. Se pesó el filtrado obtenido y se añadió a la suspensión (1 l) que había sido sometida a molienda, de manera que el hidrógeno carbonato de sodio fuera 1/2 mol por mol del hidróxido de magnesio. Se añadió agua a la suspensión de manera que la cantidad total de la suspensión fuera 8 l. Se agitó la suspensión durante 10 minutos. Se transfirió la suspensión (3 l) a la autoclave y después se hizo reaccionar hidrotérmicamente a 170 °C durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 50 µS/cm (25 °C). Se secó la torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. La Fig. 6 es un gráfico en el que se muestran los resultados de la medición XRD del producto obtenido en el Ejemplo 6. A partir de los picos de difracción en el gráfico que se presenta en la Fig. 6, se identificó el producto como hidrotalcita.

65 La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 11,5 m²/g y un contenido en Zr de 5 ppm.

(Ejemplo de referencia) Producción de hidrotalcita de material líquido

Se mezcló una solución acuosa (750 ml) de sulfato de magnesio con una concentración de Mg de 2,6 mol/l con una solución acuosa (475 ml) de sulfato de aluminio de uso industrial con una concentración de Al de 2,1 mol/l. Se añadió agua a esta mezcla de manera que se prepararon 1,5 l de una sal de metal. Por separado, se mezcló una solución 18 N (277,5 ml) de NaOH con Na₂CO₃ de uso industrial (158,66 g). Se añadió agua a esta mezcla, de manera que se prepararon 1,5 l de una solución alcalina. Se mezclaron la solución de sal de metal mencionada y la solución alcalina con agitación y se agitó la solución resultante durante aproximadamente 30 minutos. A continuación, se trató hidrotérmicamente la suspensión resultante que contenía el co-precipitado a 170 °C durante 2 horas. Mientras se mantenía la temperatura de la suspensión con contenido en hidrotalcita obtenida a 95 °C, se añadió ácido esteárico (9 g) a la suspensión para tratar superficialmente las partículas. A continuación, se obtuvieron los sólidos por filtración y se lavó la torta de filtro con agua de intercambio iónico (35 °C, 9 l). Se siguió lavando la torta de filtro con agua de intercambio iónico (100 ml) y se midió la conductividad eléctrica del agua utilizada para el lavado. La conductividad eléctrica medida del agua utilizada para el lavado fue 1000 µS/cm (25 °C). Se secó la torta lavada con agua obtenida a 100 °C durante 24 horas y después se molió, con lo cual se obtuvo un producto sólido. El gráfico obtenido de la difracción de rayos X del producto demostró que el producto era hidrotalcita, pero el gráfico demostró también que se produjo dawsonita como subproducto al mismo tiempo.

La hidrotalcita obtenida tenía un área superficial específica BET de 12,0 m²/g y un contenido en Zr de 0 ppm.

La Tabla 1 a continuación muestra si se añadió ácido acético o no, la viscosidad de la suspensión, los valores D₅₀ y D₉₀ de la suspensión, el área superficial específica BET y el contenido en Zr de la hidrotalcita y si se produjo o no un subproducto en los ejemplos y ejemplos comparativos anteriores.

(Evaluación)

Se añadieron a resina de poli(cloruro de vinilo) grado de polimerización: 1000, 100 partes en masa) ftalato de dioctilo (50 partes en masa), estearato de zinc (0,5 partes en masa) e hidrotalcita (2,1 partes en masa) para producir la composición de resina. Se amasó la composición con 160 °C durante 5 minutos y se formó en una forma de lámina utilizando un molino de rodillos, de manera que se produjo una lámina. Se sometió la lámina producida a una prueba de horno con engranajes (que se describe más adelante) a 180 °C y se evaluó la resistencia al calor en el horno. Asimismo, se produjo una lámina de prensado y se evaluó la decoloración de la lámina tras la exposición a 170 °C durante 20 minutos.

En lo que se refiere a la transparencia, se observó la lámina de prensado a simple vista para su evaluación. En la Tabla 1 a continuación, se muestran los resultados.

Los métodos de evaluación y los criterios de evaluación son los que se describen a continuación

(Resistencia al calor del horno en la prueba de horno con engranajes)

Se expuso la lámina a una atmósfera a 180 °C en el horno con engranajes durante 60 minutos y se evaluó la decoloración de la lámina tras la exposición por observación visual de acuerdo con los siguientes criterios.

Bueno: la lámina no se decoloró.
Razonable: La lámina se decoloró ligeramente
Insuficiente: La lámina se decoloró

(Resistencia al calor de prensado)

Se prensó la lámina con una prensa a 170 °C durante 20 minutos y se evaluó la decoloración de la lámina obtenida por observación visual de acuerdo con los siguientes criterios.

Criterios de evaluación

Bueno: la lámina no se decoloró.
Razonable: La lámina se decoloró ligeramente
Insuficiente: La lámina se decoloró

(Transparencia)

Se prensó la lámina anterior con una prensa a 170 °C durante 5 minutos y se evaluó la transparencia de la lámina obtenida por observación a simple vista de acuerdo con los siguientes criterios.

Criterios de evaluación

Excelente: la lámina no presentó turbiedad

Bueno: la lámina presentó una ligera turbiedad

5 Razonable: la lámina tenía turbiedad

Insuficiente: la lámina tuvo una significativa turbiedad

Muy insuficiente: la lámina tuvo una significativa turbiedad incluso mayor.

[Tabla 1]

	Ácido acético (g)	Temperatura durante la molienda (°C)	Viscosidad de la suspensión tras la molienda (mPa·s)	D ₅₀ de la suspensión tras la molienda (µm)	D ₉₀ de la suspensión tras la molienda (µm)	hidrotalcita			Características de resina que contiene hidrotalcita		
						Área superficial específica BET (m ² /g)	Contenido en Zr (ppm)	Subproducto	Resistencia al calor del horno	Resistencia al calor del prensado	Transparencia
Ejemplo 1	No se añadió	≤40 °C	5000	1,0	3,5	11,5	5	Ninguno	Bueno	Bueno	Excelente
Ejemplo 2	No se añadió	≤50 °C	4800	1,0	3,5	11,5	45	Ninguno	Bueno	Bueno	Excelente
Ejemplo 3	No se añadió	≤40 °C	5000	1,0	3,5	12,5	5	Ninguno	Bueno	Razonable	Bueno
Ejemplo 4	No se añadió	≤40 °C	5000	1,0	3,5	9,1	5	Ninguno	Bueno	Bueno	Excelente
Ejemplo 5	9,0	≤40 °C	1500	1,0	3,5	11,5	5	Ninguno	Bueno	Bueno	Excelente
Ejemplo 6	9,0	≤40 °C	1500	1,0	4,0	11,5	5	Ninguno	Bueno	Bueno	Excelente
Ejemplo comparativo 1	No se añadió	≤55 °C	4400	1,0	3,5	11,5	55	Ninguno	Bueno	Bueno	Razonable
Ejemplo comparativo 2	No se añadió	≤65 °C	4000	1,0	4,0	12	100	Ninguno	Razonable	Razonable	Insuficiente
Ejemplo comparativo 3	9,0	Sin molienda	N/A	N/A	N/A	15	0	Se produjo	Insuficiente	Insuficiente	Muy insuficiente
Ejemplo comparativo 4	No se añadió	Molienda imposible	9000	4,0	8,0	13,5	3	Ninguno	Insuficiente	Insuficiente	Insuficiente

Tal como se muestra en la Tabla 1, es posible sintetizar la hidrotalcita que tiene un valor BET de 1 m²/g a 30 m²/g y un contenido en Zr de 50 ppm o inferior preparando una suspensión que contiene al menos un material seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos, óxidos y carbonatos de aluminio, magnesio o zinc una suspensión que contiene un compuesto que contiene un grupo ácido carboxílico así como al menos un material seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos, óxidos y carbonatos de aluminio, magnesio o zinc; sometiendo la suspensión a molienda en húmedo con bolas de óxido de zirconio o bolas de sílice y óxido de zirconio al mismo tiempo que se mantiene la temperatura de la suspensión a 50 °C o inferior, para dar partículas en la suspensión con un tamaño de partícula secundario promedio D₅₀ de 1,5 µm o menor y una D₉₀ de 10 µm o menor; y añadiendo el resto de los materiales a la suspensión y tratando hidrotérmicamente la suspensión resultante.

Asimismo, dado que la hidrotalcita obtenida tiene un contenido en Zr de 50 ppm o inferior, la hidrotalcita es excelente como aditivo para resinas. La hidrotalcita, cuando se añade a resina de poli(cloruro de vinilo) proporciona a la resina unas características excelentes que incluyen resistencia al calor, resistencia al calor de prensado y transparencia, especialmente, una excelente transparencia.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir hidrotalcita que tiene un valor BET de $1 \text{ m}^2/\text{g}$ a $30 \text{ m}^2/\text{g}$ y un contenido en Zr de 50 ppm o inferior a partir de materiales que incluyen un compuesto de aluminio y que incluyen un compuesto de magnesio y/o un compuesto de zinc, comprendiendo dicho método:
- 5 una etapa de preparación de suspensión preparando una suspensión que contiene un material seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos, óxidos y carbonatos de aluminio y que contiene además al menos un material seleccionado del grupo que consiste en hidróxidos, óxidos y carbonatos de magnesio y de zinc;
- 10 una etapa de molienda en húmedo de someter la suspensión a molienda en húmedo con bolas de óxido de zirconio o bolas de sílice y óxido de zirconio al mismo tiempo que se mantiene la temperatura de la suspensión a $50 \text{ }^\circ\text{C}$ o inferior, de modo que se proporciona partículas en la suspensión de un tamaño de partícula secundario promedio D_{50} de $1,5 \text{ }\mu\text{m}$ o inferior y D_{90} de $10 \text{ }\mu\text{m}$ o inferior; y
- 15 una etapa de síntesis de la hidrotalcita de los materiales a través de tratamiento hidrotérmico tratando una suspensión espesa obtenida con la etapa de molienda en húmedo.
2. El método para producir hidrotalcita de acuerdo con la reivindicación 1, donde la etapa de preparación de suspensión comprende además la adición de un compuesto que contiene grupo ácido carboxílico a la suspensión para dar una concentración en sólidos de 25 % en masa o más alta a la suspensión.
- 20
3. El método para producir hidrotalcita de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, donde se lleva a cabo la etapa de molienda en húmedo en la etapa de molienda en húmedo al mismo tiempo que se mantiene la temperatura de la suspensión a $40 \text{ }^\circ\text{C}$ o inferior y se sintetiza hidrotalcita que tiene un contenido en Zr de 10 ppm o inferior en la etapa de tratamiento hidrotérmico.
- 25
4. El método para producir hidrotalcita de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, comprendiendo el método, además, la etapa de filtración de la suspensión tras la etapa de tratamiento hidrotérmico para obtener hidrotalcita y un filtrado y el contacto el filtrado con gas dióxido de carbono para recoger el carbonato.
- 30
5. El método para producir hidrotalcita de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 4, donde el compuesto que contiene grupo ácido carboxílico es al menos un compuesto que contiene grupo ácido carboxílico seleccionado entre ácidos grasos saturados, ácidos hidroxycarboxílicos, ácidos carboxílicos aromáticos, ácidos dicarboxílicos y ácidos oxocarboxílicos.
- 35
6. El método para producir hidrotalcita de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que incluye suministrar iones carbonato a la suspensión entre la etapa de molienda en húmedo y la etapa de síntesis de hidrotalcita.
- 40
7. Hidrotalcita que se puede obtener según el método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, teniendo la hidrotalcita un área superficial específica BET de $1 \text{ m}^2/\text{g}$ a $30 \text{ m}^2/\text{g}$, y un contenido en Zr de 50 ppm o inferior.

FIG.1

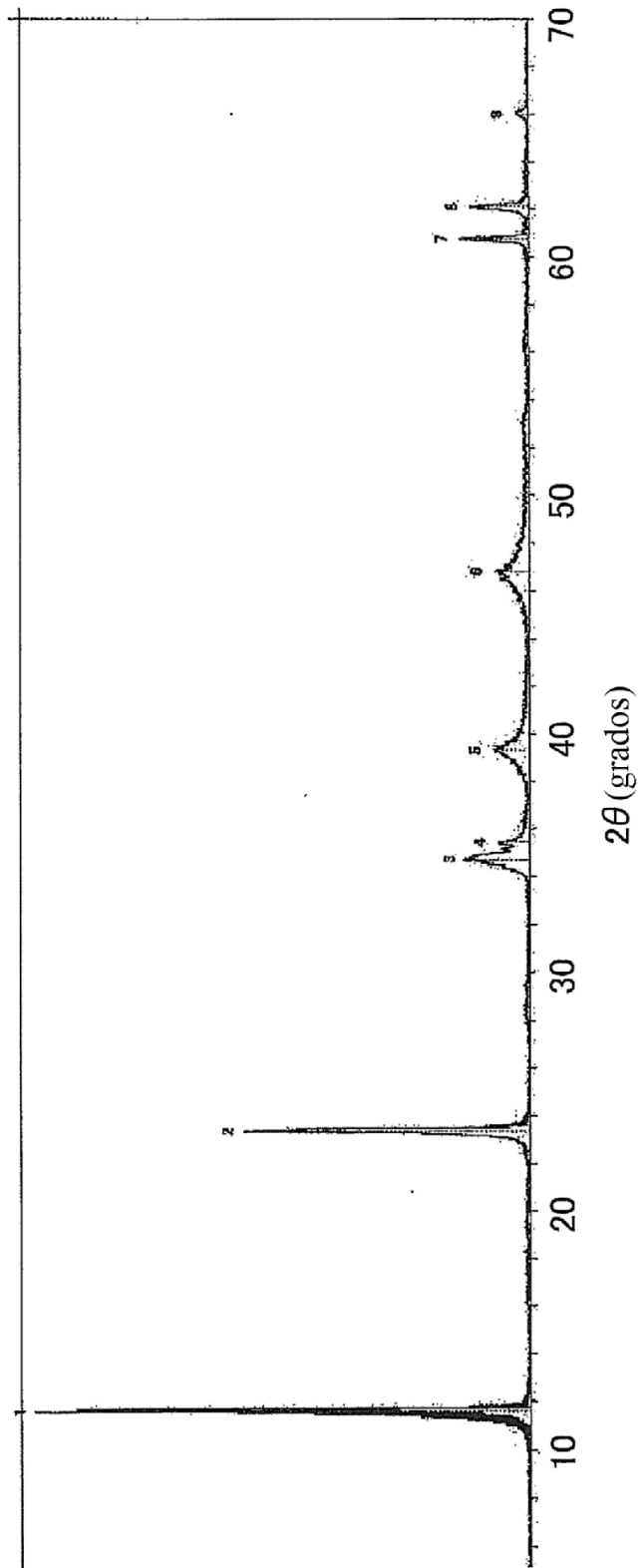


FIG.2

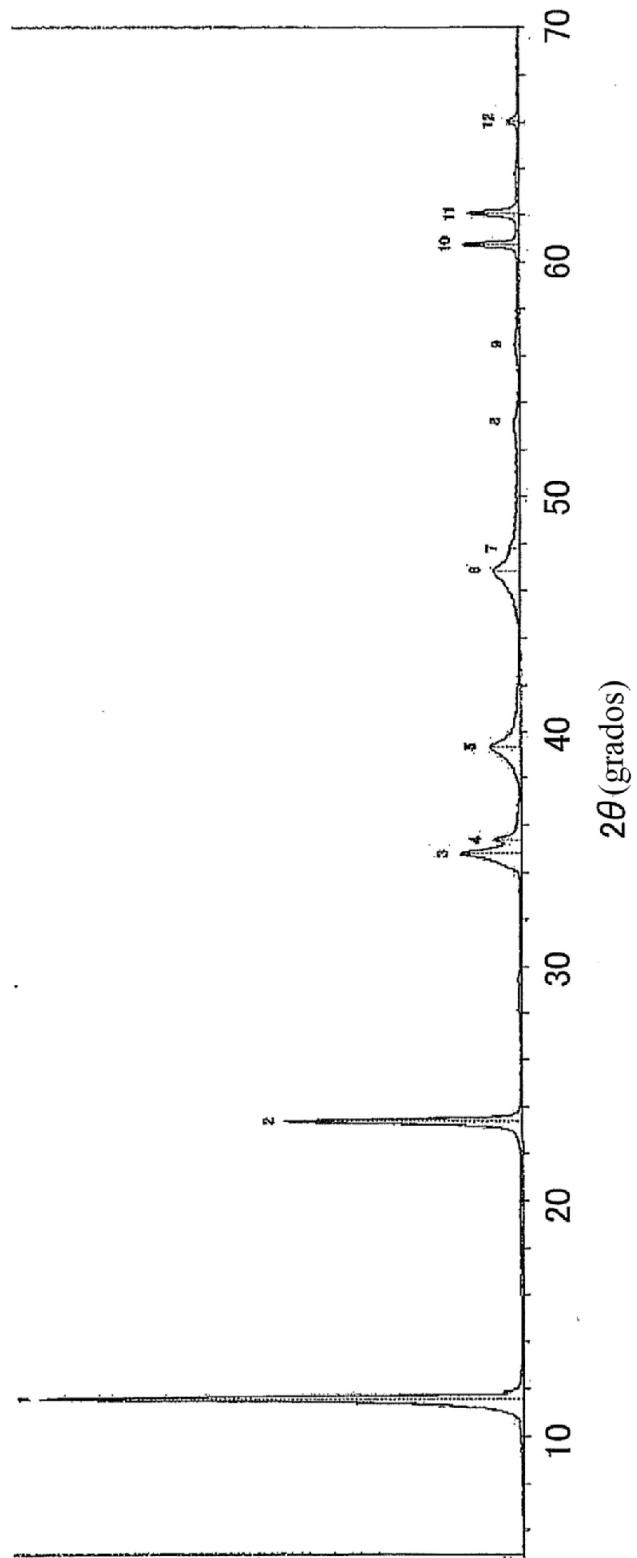


FIG.3

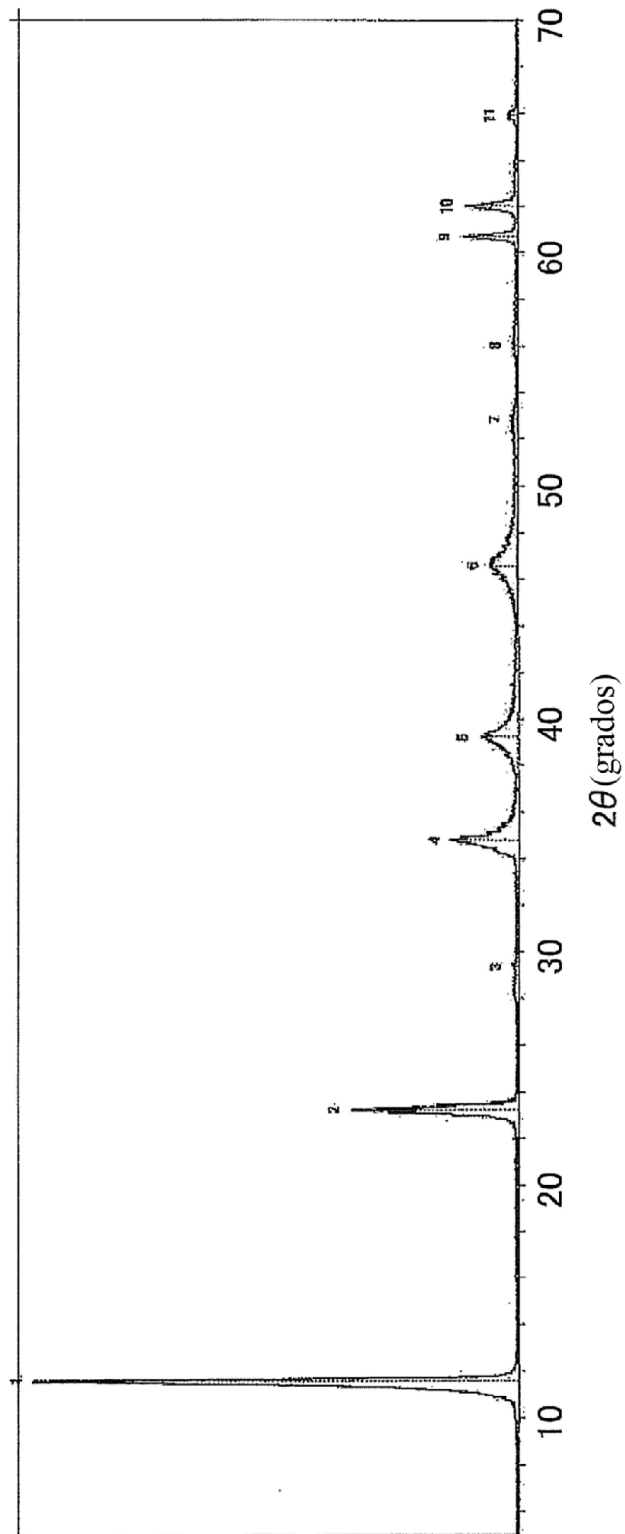


FIG.4

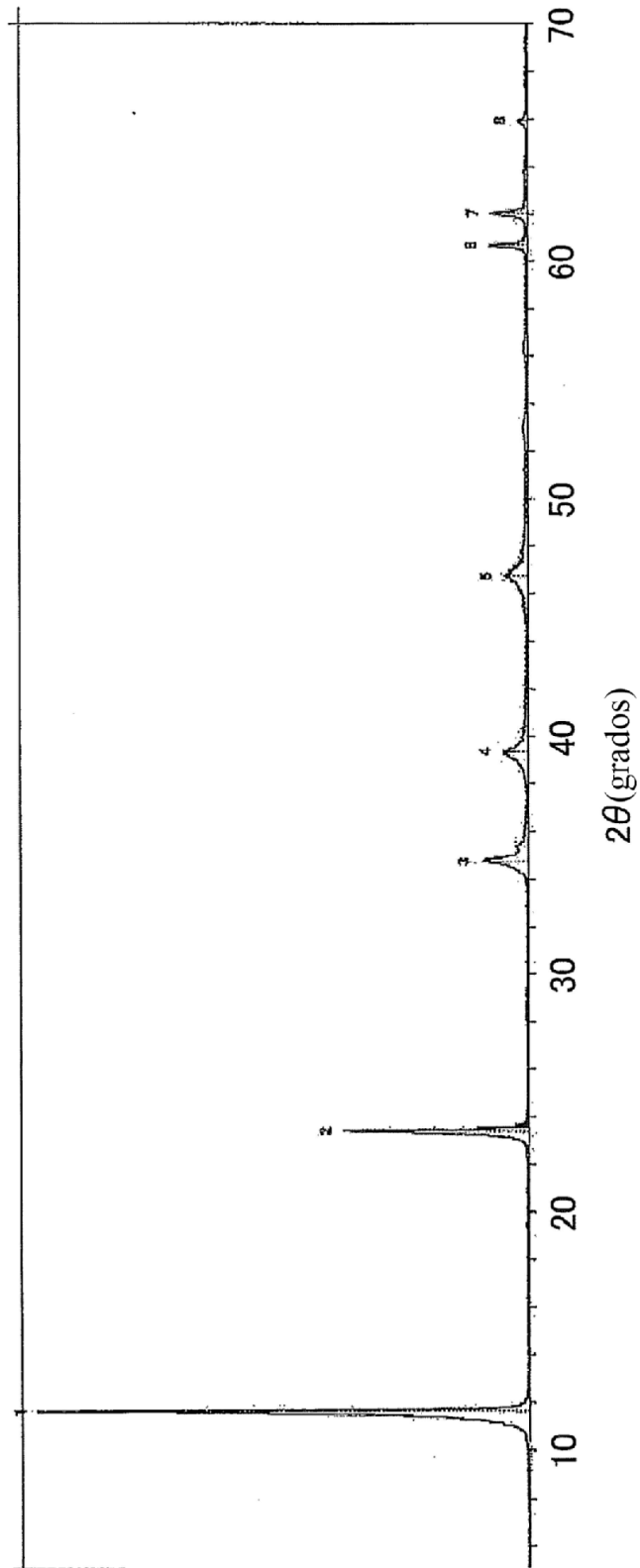


FIG.5

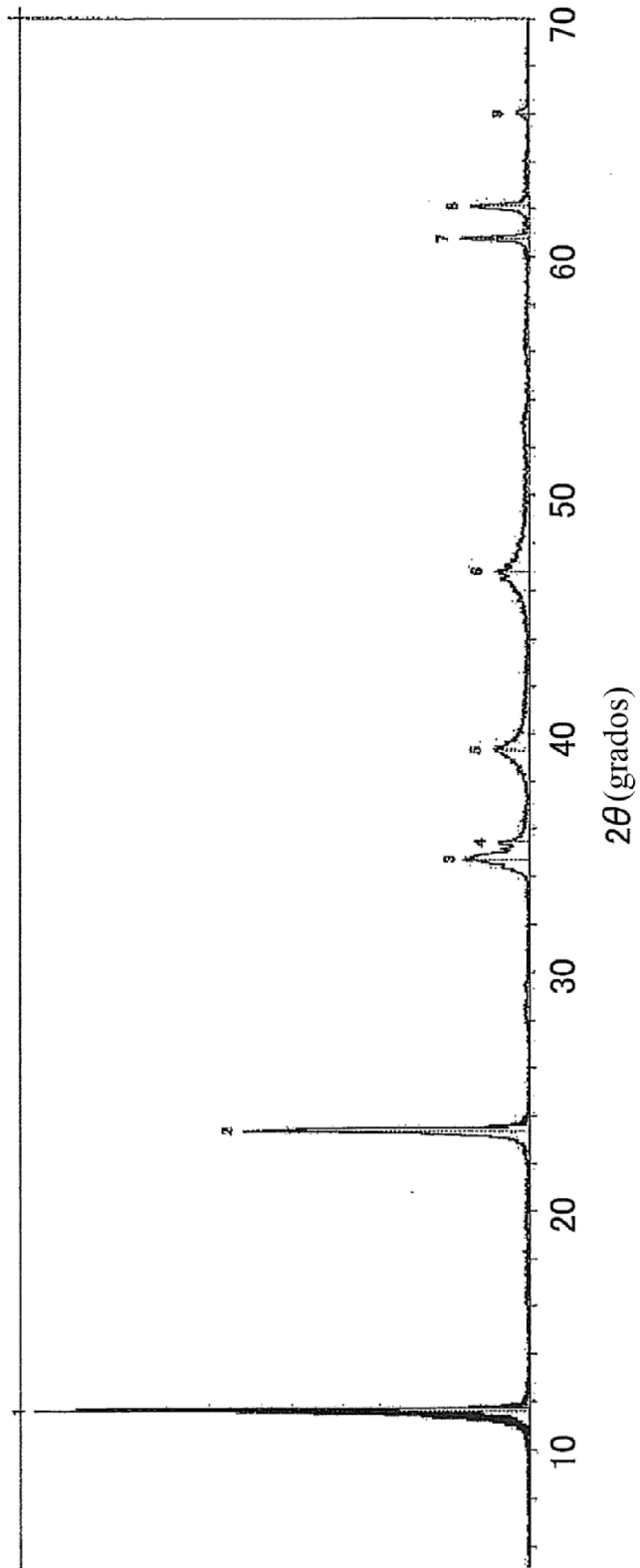


FIG.6

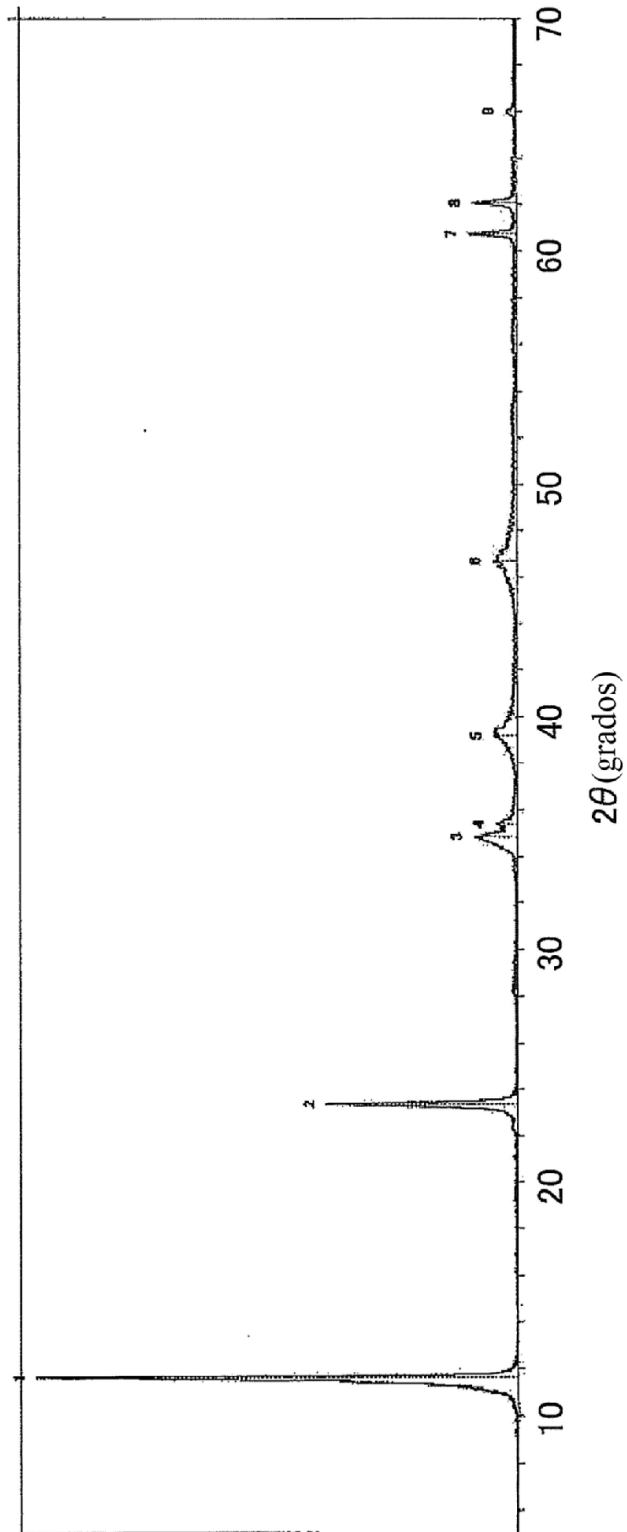


FIG.7

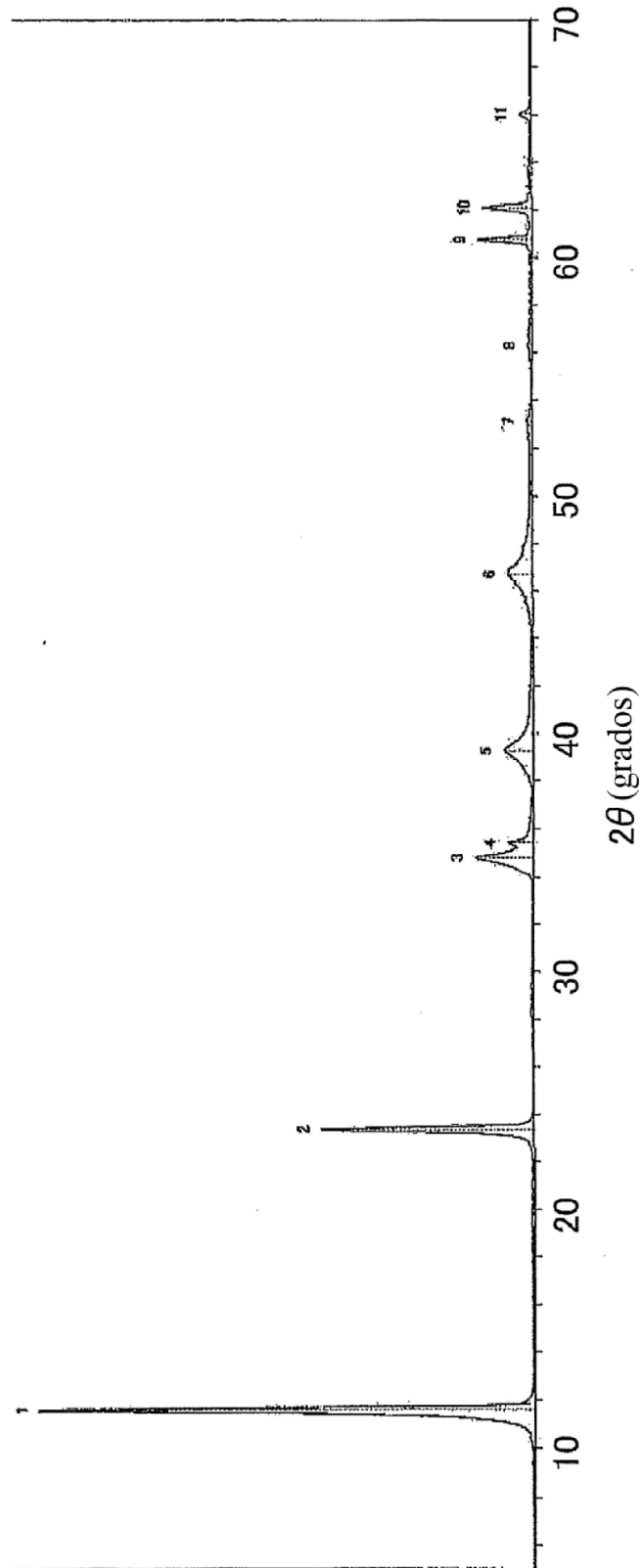


FIG.8

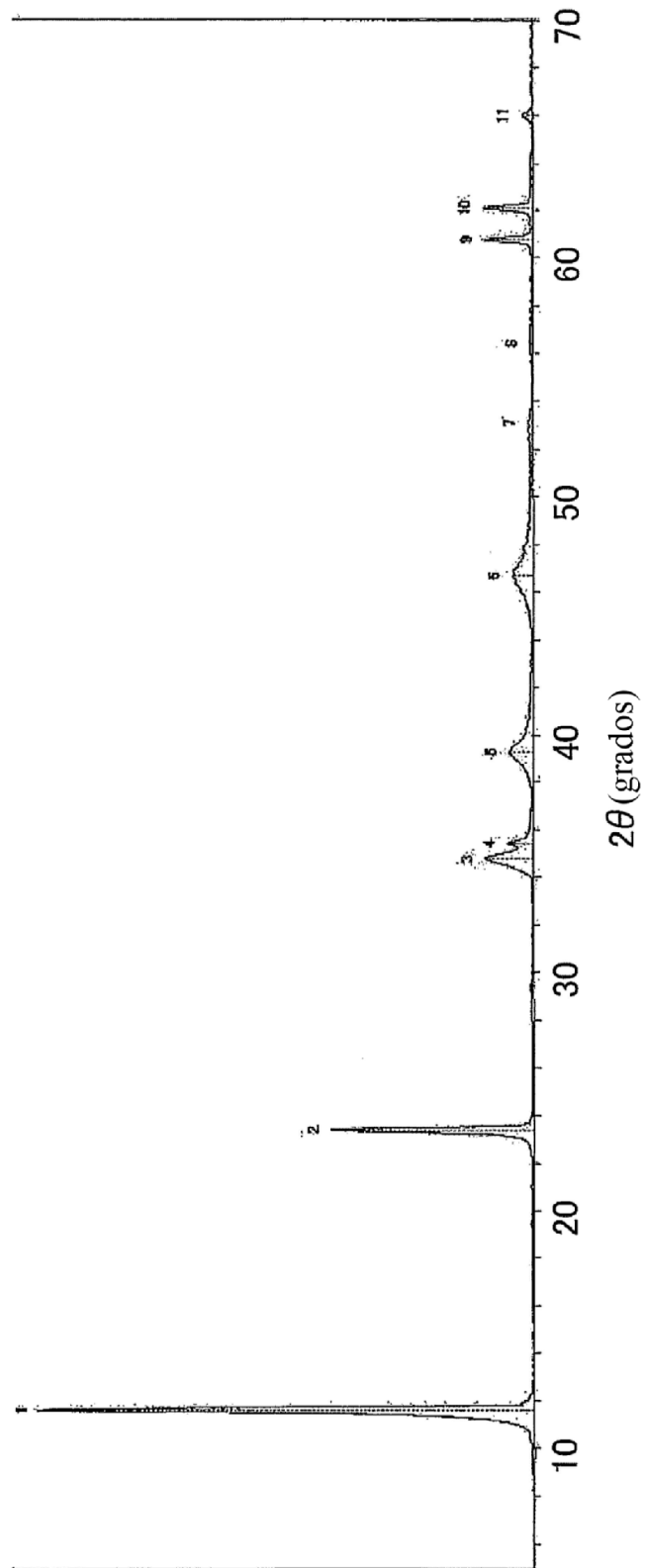


FIG.9

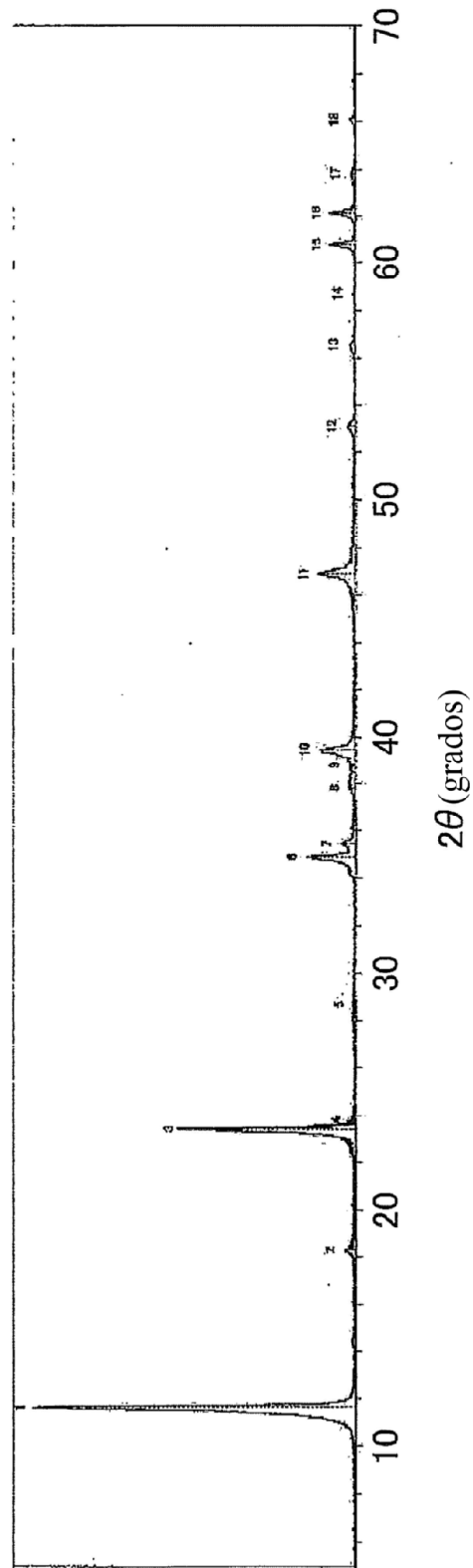


FIG.10

