



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 363 782**

51 Int. Cl.:

**C01F 7/30** (2006.01)

**C01F 7/02** (2006.01)

**B41M 5/00** (2006.01)

**C09K 3/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05821745 .6**

96 Fecha de presentación : **20.12.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1824787**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **29.08.2007**

54

Título: **Polvo de óxido de aluminio, dispersión y composición de revestimiento.**

30

Prioridad: **22.12.2004 DE 10 2004 061 700**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**16.08.2011**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**16.08.2011**

73

Titular/es: **EVONIK DEGUSSA GmbH**  
**Rellinghauser Strasse 1-11**  
**45128 Essen, DE**

72

Inventor/es: **Schumacher, Kai;**  
**MörTERS, Martin;**  
**Flesch, Jürgen;**  
**Von Twistern, Marcus;**  
**Hamm, Volker;**  
**Schmitt, Matthias;**  
**Alff, Harald y**  
**Schilling, Roland**

74

Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 363 782 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

Polvo de óxido de aluminio, dispersión y composición de revestimiento

El invento se refiere a un polvo de óxido de aluminio y a la producción del mismo. El invento se refiere además a una dispersión que comprende el polvo de óxido de aluminio, y a una composición de revestimiento que comprende esta dispersión.

Unas finas partículas de óxido de aluminio se emplean en medios de registro para la impresión por chorros de tinta como constituyentes de la capa de recepción de tinta.

El documento de solicitud de patente europea EP-A-1331102 describe que es ventajoso que la capa de recepción de tinta de un medio para la impresión por chorros de tinta comprenda por lo menos 20 % de delta-óxido de aluminio. La capa de recepción de tinta puede comprender además los theta- y gamma-óxidos de aluminio. En el caso de que la capa de recepción de tinta haya de comprender una mezcla de los delta-, gamma- y theta-óxidos de aluminio, existe la posibilidad, por una parte, de calcinar el hidróxido de aluminio a ciertas temperaturas, y, por otra parte, de proporcionar una mezcla física de las modificaciones individuales. Es conocido que los polvos de óxido de aluminio, obtenidos calcinando una torta para formar unos grandes conglomerados, que escasamente pueden ser triturados de nuevo, ni siquiera por subsiguiente dispersamiento. Además, constituye una desventaja el hecho de que los polvos obtenidos por el proceso de precipitación incluyen unas impurezas que no pueden ser toleradas en muchos sectores de uso.

El documento EP-A-1256548 reivindica unas partículas de óxido de aluminio, que o bien son amorfas y/o contienen las modificaciones gamma, delta y theta, y tienen un tamaño medio de las partículas primarias de desde 5 hasta 100 nm y un tamaño medio de los conglomerados de desde 50 hasta 800 nm. El material de partida para la producción de estas partículas es el cloruro de aluminio, que se obtiene en un procedimiento de oxidación a unas temperaturas de desde 500 a 1.300 °C en la presencia de un gas oxidante y de agua. Sin embargo, a partir de ese documento EP-A-1256548 no puede verse cómo se ha de llevar a cabo el proceso con el fin de obtener una modificación distinta de la modificación gamma o un polvo amorfo. Los ejemplos de realización, que cubren una amplia gama de los parámetros de proceso, conducen exclusivamente al gamma-óxido de aluminio (Ejemplos 1-3, 5, 6) o al óxido de aluminio amorfo (Ejemplo 4). Se señala que en el documento EP-A-1256548 el producto se puede emplear, entre otras cosas, para usos en la impresión por chorros de tinta.

El documento EP-A-1264705 describe que el delta-óxido de aluminio se puede emplear de una manera particularmente ventajosa para revestimientos obtenidos por impresión por chorros de tinta. Sin embargo, el Aluminiumoxid C® (de Degussa), empleado en los ejemplos, tiene solamente un bajo contenido de delta-óxido de aluminio, en contraste con la información proporcionada.

El SpectraAl®51 (de Cabot) es un polvo de óxido de aluminio que tiene un área de superficie específica según BET de 55 m<sup>2</sup>/g, que se produce por hidrólisis a la llama, tiene un contenido de la modificación delta de 20 % y está exento de la modificación gamma (información sobre productos de Cabot, de 2003). Este polvo se puede emplear, entre otras cosas, para usos en la impresión por chorros de tinta.

El objeto del invento es el de proporcionar un polvo de óxido de aluminio que se pueda emplear ventajosamente como constituyente de una capa de recepción de chorros de tinta. En particular, deberá conducir a una buena capacidad de recepción de tinta, a unos rápidos periodos de tiempo de desecación y a un alto brillo en medios de registro por impresión por chorros de tinta.

Otro objeto del invento es además el de proporcionar un procedimiento para la producción de este polvo de óxido de aluminio.

Otro objeto del invento es además el de proporcionar una dispersión que comprenda este polvo de óxido de aluminio.

Otro objeto del invento es además el de proporcionar una composición de revestimiento que comprenda este polvo de óxido de aluminio.

El presente invento proporciona un polvo de óxido de aluminio en la forma de conglomerados de partículas primarias, que tiene un área de superficie específica según BET de desde 10 hasta 90 m<sup>2</sup>/g y comprende como fases cristalinas, además del gamma-óxido de aluminio y/o del theta-óxido de aluminio, por lo menos 30 % del delta-óxido de aluminio.

Los datos de porcentajes se refieren a la suma de los constituyentes cristalinos. El contenido de fases cristalinas se determina mediante un análisis por difracción de rayos X. Otras fases no pueden ser detectadas por medio de este método analítico.

5 El polvo de óxido de aluminio de acuerdo con el invento está en la forma de conglomerados de partículas primarias. Las partículas primarias no son porosas. Las superficies de estas partículas primarias tienen grupos hidroxilo.

El área de superficie específica según BET del polvo de óxido de aluminio de acuerdo con el invento puede ser de 30 a 70 m<sup>2</sup>/g, y de manera particularmente preferida de 45 a 65 m<sup>2</sup>/g.

El contenido de delta-óxido de aluminio del polvo de óxido de aluminio de acuerdo con el invento puede ser de manera preferida de 70 % a 95 %.

10 Además de las modificaciones cristalinas delta-, gamma- y theta-óxidos de aluminio, el polvo de óxido de aluminio de acuerdo con el invento puede comprender también constituyentes amorfos de óxido de aluminio. El contenido de óxido de aluminio amorfo es de manera preferida menor que 5 % en peso y de manera particularmente preferida menor que 2 % en peso, en cada caso basado en la cantidad total del polvo de óxido de aluminio. El contenido de óxido de aluminio amorfo puede ser estimado a partir de un diagrama de difracción de rayos X.

15 Un polvo de óxido de acuerdo con el invento, que tiene un área de superficie específica según BET de 40 a 60 m<sup>2</sup>/g y un contenido de delta-óxido de aluminio de 80 % a 90 % y un contenido de theta-óxido de aluminio y/o de gamma-óxido de aluminio de 10 a 20 %, basado en cada caso en la suma de los constituyentes cristalinos, puede ser particularmente ventajoso.

20 Un polvo de óxido de aluminio de acuerdo con el invento, que tiene un área de superficie específica según BET de 70 a 90 m<sup>2</sup>/g y un contenido de delta-óxido de aluminio de 30 % a 40 % y un contenido de theta-óxido de aluminio de 0 a 5 % y un contenido de gamma-óxido de aluminio de 60 % a 70 %, basado en cada caso en la suma de los constituyentes cristalinos, puede ser además particularmente ventajoso.

25 Se ha manifestado como ventajoso además que el polvo de óxido de aluminio de acuerdo con el invento tenga una densidad de grupos hidroxilo mayor que 8 OH/nm<sup>2</sup>. Con un valor mayor que 8 OH/nm<sup>2</sup>, se observa una facilidad particularmente buena de incorporación del polvo dentro de medios acuosos. Una densidad de grupos hidroxilo de desde 9 hasta 12 OH/nm<sup>2</sup> es particularmente ventajosa.

30 Puede ser ventajoso además que la densidad en estado apisonado del polvo de acuerdo con el invento sea de 10 a 200 g/l. Se puede preferir particularmente un intervalo de desde 35 hasta 135 g/l. Aquí también, se observa que, en este intervalo, el polvo de acuerdo con el invento puede ser incorporado con particular facilidad dentro de medios acuosos.

El presente invento proporciona también un procedimiento en el que

- se evapora el cloruro de aluminio y se transfiere el vapor dentro de una cámara de mezcladura por medio de un gas portador y
- 35 - por separado de esto, se transfieren hidrógeno y aire (aire primario), que opcionalmente puede estar enriquecido con oxígeno y/o precalentado, dentro de la cámara de mezcladura, subsiguientemente
- la mezcla del vapor de cloruro de aluminio, del hidrógeno y del aire se inflama en un quemador y la llama se quema dentro de una cámara de reacción que está separada con respecto del aire del medio ambiente,
- se introduce adicionalmente aire secundario dentro de la cámara de reacción,
- 40 - el material sólido se separa luego con respecto de las sustancias gaseosas y subsiguientemente se trata con vapor de agua y opcionalmente con aire,

en el que

- la relación del aire primario al aire secundario es de 0,01 a 2,
- la velocidad de salida  $v_B$  de la mezcla de reacción desde el quemador es por lo menos de 10 m/s,
- 45 - el valor de lambda es de 1 a 4,

- el valor de gamma es de 1 a 3,
- y el valor de gamma \* v<sub>B</sub> / lambda es mayor que o igual a 55.

El procedimiento de acuerdo con el invento es un procedimiento de hidrólisis a la llama.

5 De manera preferida, los valores de lambda pueden ser de 1 a 2,5, los valores de gamma pueden ser de 1 a 2 y los valores de gamma \* v<sub>B</sub> / lambda pueden ser de 55 a 200.

Gamma y lambda se definen de la siguiente manera:

gamma = el H<sub>2</sub> alimentado / el H<sub>2</sub> requerido estequiométricamente

lambda = el O<sub>2</sub> alimentado / el O<sub>2</sub> requerido estequiométricamente. En este contexto, lambda incluye el oxígeno total introducido a partir del aire primario y del aire secundario.

10 De manera preferida, en este contexto, se puede escoger una relación del aire primario al aire secundario que está situada entre 0,15 y 1,5.

El presente invento proporciona también una dispersión que contiene de 10 a 60 % en peso del polvo de óxido de aluminio de acuerdo con el invento.

15 Unos apropiados agentes dispersantes de la dispersión de acuerdo con el invento son agua y/o disolventes orgánicos, tales como unos alcoholes que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, en particular metanol, etanol, n-propanol e i-propanol, butanol, octanol o ciclohexanol, unas cetonas que tienen de 1 a 8 átomos de carbono, en particular acetona, butanona y ciclohexanona, unos ésteres, en particular acetato de etilo y ésteres de glicoles, unos éteres, en particular dietil éter, dibutil éter, anisol, dioxano, tetrahidrofurano y tetrahidropirano, unos éteres de glicoles, en particular éteres de mono-, di-, tri- y poli-glicoles, unos glicoles, en particular etilen glicol, di(etilen glicol) y propilen glicol, unas amidas y otros compuestos nitrogenados, en particular dimetil-acetamida, dimetil-formamida, piridina, N-metil-pirrolidina y acetonitrilo, unos/as sulfóxidos y sulfonas, en particular sulfolano y dimetil-sulfóxido, unos compuestos nitrados tales como nitrobenzeno, unos hidrocarburos halogenados, en particular cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, tri- y tetra-cloroetenos y cloruro de etileno, unos clorofluorocarbonos, unos hidrocarburos alifáticos, alicíclicos o aromáticos que tienen de 5 a 15 átomos de carbono, en particular pentano, hexano, heptano y octano, ciclohexano, bencinas, éter de petróleo, metil-ciclohexano, decalina, benceno, tolueno y xilenos. Unos agentes dispersantes orgánicos particularmente preferidos son etanol, n- e i-propanol, etilen glicol, hexano, heptano, tolueno y los o-, m- y p-xilenos.

25 Ciertas mezclas de los compuestos antes mencionados pueden servir también como agentes dispersantes, en cuyo caso éstos deben ser miscibles y formar solamente una fase.

30 El agua es un agente dispersante particularmente preferido.

La dispersión de acuerdo con el invento puede comprender además unas sustancias destinadas a ajustar el valor del pH, tales como ácidos, bases o sistemas tamponadores, aditivos para estabilizar la dispersión, tales como sales, sustancias con actividad superficial, disolventes orgánicos, bactericidas y/o fungicidas.

35 La dispersión de acuerdo con el invento se puede obtener dispersando previamente el polvo de óxido de aluminio de acuerdo con el invento en un agente dispersante, de manera preferida agua, y luego dispersándolo. Unos aparatos disolvedores o discos dentados, por ejemplo, son apropiados para el dispersamiento previo. Unas máquinas de rotor y estator, tales como un Ultra Turrax (IKA), o las de Ystral, y además los molinos de perlas o molinos de perlas sometidos a agitación, son apropiados/as para el dispersamiento. Unas más altas entradas de energía son posibles con una amasadora/mezcladora planetaria. Sin embargo, la eficiencia de este sistema está asociada con una viscosidad suficientemente alta de la mezcla tratada, con el fin de introducir las altas energías de cizalladura que se requieren para triturar y desmenuzar las partículas. Se pueden obtener unas dispersiones que tienen un diámetro medio de los conglomerados de menos que 200 nm, de manera preferida de 70 a 150 nm, usando unos homogeneizadores a alta presión. En estos dispositivos, dos corrientes de las suspensiones previamente dispersadas se conducen bajo una alta presión hacia abajo a través de una tobera. Los dos chorros de la dispersión chocan exactamente uno con otro y las partículas se trituran por si mismas. En otra forma de realización, la dispersión previa es dispuesta similarmente bajo una alta presión, pero el choque de las partículas tiene lugar contra regiones de paredes blindadas. La operación puede ser repetida con tanta frecuencia como se desee, con el fin de obtener menores tamaños de las partículas. El procedimiento descrito en la solicitud de patente alemana, con el número de referencia 10360766.8 y con la fecha de solicitud de 23 de Diciembre de 2003, se puede emplear de una manera particularmente ventajosa.

50 El presente invento proporciona también el uso de la dispersión de acuerdo con el invento para la producción de medios de registro para la impresión por chorros de tinta y para una pulimentación química-mecánica.

El invento proporciona también una composición de revestimiento que comprende la dispersión de acuerdo con el invento y por lo menos un agente aglutinante, que de manera preferida es hidrófilo.

5 Los agentes aglutinantes que se pueden usar son: un poli(alcohol vinílico), parcial o completamente saponificado, y un poli(alcohol vinílico) cationizado con un grupo amino primario, secundario o terciario o un grupo amonio terciario en la cadena principal o en la cadena lateral. Además, son posibles ciertas combinaciones de estos poli(alcoholes vinílicos) unos con otros y con una poli(vinilpirrolidona), poli(acetatos de vinilo), poli(alcoholes vinílicos) silanizados, latexes de estireno y acrilato, latexes de estireno y butadieno, resinas de melamina, copolímeros de etileno y acetato de vinilo, resinas de poliuretanos, resinas sintéticas, tales como poli(metacrilatos de metilo), resinas de poliésteres (p.ej. resinas de poliésteres insaturados), poliacrilatos, un almidón modificado, caseína, gelatina y/o derivados de celulosas (p.ej. una carboximetilcelulosa). Se puede emplear de manera preferida un poli(alcohol vinílico) o un poli(alcohol vinílico) cationizado.

15 La composición de revestimiento puede comprender además también de manera adicional uno o más otros pigmentos distintos, tales como carbonatos de calcio, silicatos laminares (estratificados), silicatos de aluminio, pigmentos plásticos (p.ej. los de poliestireno, polietileno y polipropileno), sílices (p.ej. sílices coloidales, sílices precipitados), geles de sílice, variantes cationizadas de los compuestos de sílice que se han mencionado, compuestos de aluminio (p.ej. soles de aluminio, óxidos de aluminio coloidales y compuestos hidroxílicos de los mismos, tales como pseudoboehmitas, boehmitas e hidróxido de aluminio), óxido de magnesio, óxido de zinc, óxido de zirconio, carbonatos de magnesio, caolín, arcilla, talco, sulfato de calcio, carbonato de zinc, blanco satén, litopones y zeolitas.

20 La composición de revestimiento puede tener de manera preferida un contenido de partículas de óxido de aluminio que está comprendido entre 10 y 60 % en peso. Éste puede ser de manera preferida mayor que 15 % en peso y de manera particularmente preferida puede ser mayor que 25 % en peso.

25 La composición de revestimiento puede tener además un contenido de agentes aglutinantes, basado en el polvo de óxido de aluminio, que está situado entre 3 y 150 % en peso. De manera preferida, éste puede estar entre 10 y 40 % en peso, y de manera muy particularmente preferida puede estar entre 3 y 15 % en peso.

Unos agentes de reticulación pueden servir para aumentar la resistencia al agua del sistema aglutinante y por lo tanto del revestimiento, tales como óxidos de zirconio, ácido bórico, resinas de melamina, glioxal e isocianatos, y otras moléculas que unen a las cadenas moleculares del sistema de agente aglutinante unas con otras.

30 Se pueden emplear además unas sustancias auxiliares, tales como agentes abrillantadores ópticos, agentes antiespumantes, agentes humectantes, agentes tamponadores del pH, agentes absorbentes de los rayos UV y agentes auxiliares de la viscosidad.

35 La composición de revestimiento se puede preparar añadiendo, mientras que se está agitado, la dispersión de acuerdo con el invento a una solución del agente aglutinante, a la que opcionalmente se pueden añadir también otros aditivos adicionales, y opcionalmente diluyendo la mezcla hasta que se establezcan la deseada relación del polvo de óxido de aluminio y del agente aglutinante y el contenido de materiales sólidos total que se desee. El orden de sucesión de las adiciones no es importante en este contexto. La mezcla es agitada opcionalmente durante un cierto período de tiempo y, si es necesario, es desaireada subsiguientemente en vacío. Se ha de entender que los aditivos significan, por ejemplo, pigmentos, agentes de reticulación, agentes abrillantadores ópticos, agentes antiespumantes, agentes humectantes, agentes tamponadores del pH, agentes absorbentes de los rayos UV y agentes auxiliares de la viscosidad.

El presente invento proporciona también el uso de la composición de revestimiento de acuerdo con el invento para la producción de medios de registro para la impresión por chorros de tinta.

### Ejemplos

45 Ejemplo 1: Se evaporan 4,5 kg/h de  $AlCl_3$ . Los vapores se transfieren por medio de un gas inerte dentro de una cámara mezcladora. Por separado de esto se introducen en la cámara mezcladora 2,1  $Nm^3/h$  de hidrógeno y 5  $Nm^3/h$  de aire primario. La mezcla de reacción se alimenta en un tubo central a un quemador y se inflama. La velocidad de salida de la mezcla de reacciones desde el quemador es de 33,1 m/s. La llama se quema aquí en una cámara de reacción enfriada por agua. Se introducen adicionalmente 15  $Nm^3/h$  de aire secundario dentro de la cámara de reacción. El polvo formado es depositado en un filtro situado corriente abajo y luego es tratado con aire y vapor de agua en contracorriente a aproximadamente 700 °C.

Los Ejemplos 2 hasta 6 se llevan a cabo de una manera análoga a la del Ejemplo 1, encontrándose los cambios de las condiciones de reacción en la Tabla 1.

Los datos físico-químicos de los polvos de los Ejemplos 1 hasta 6 se reproducen en la Tabla 1.

5 Los Ejemplos 1 hasta 3 conducen a unos polvos de óxido de aluminio de acuerdo con el invento, que tienen unos valores para el área de superficie específica según BET de 49,54 y 89 m<sup>2</sup>/g y un contenido de delta-óxido de aluminio de 30 a 90 %. Los valores para gamma, lambda, v<sub>B</sub> y gamma\*v<sub>B</sub>/lambda y la relación del aire primario al aire secundario se sitúan dentro de los intervalos reivindicados.

El polvo de óxido de aluminio obtenido en el Ejemplo 4, por otra parte, tiene un área de superficie específica según BET demasiado alta con un contenido demasiado bajo de delta-óxido de aluminio. Los valores para gamma, lambda y v<sub>B</sub> y la relación del aire primario al aire secundario en el presente contexto están desde luego dentro de los intervalos reivindicados, pero el valor para gamma\*v<sub>B</sub>/lambda está situado fuera de ellos.

10 **Tabla 1: Sustancias de partida y cantidades; valores físico-químicos de los polvos de óxido de aluminio**

Ejemplo		De acuerdo con el invento			Comparación		
		1	2	3	4	5	6
AlCl <sub>3</sub>	kg/h	4,50	4,50	4,50	4,50	2,76	4,50
Hidrógeno	Nm <sup>3</sup> /h	2,10	2,60	2,70	1,80	3,04	2,00
Aire primario	Nm <sup>3</sup> /h	5,00	5,25	4,60	5,00	10,00	5,00
Aire secundario	Nm <sup>3</sup> /h	15,0	16,0	16,0	15,0	20,00	2,00
Aire primario/aire secundario		0,3	0,3	0,28	0,3	0,5	2,50
gamma <sup>#</sup>		1,85	2,29	2,38	1,59	4,37	1,76
lambda <sup>#</sup>		1,0	1,0	1,01	1,16	1,38	1,05
v <sub>B</sub> <sup>*</sup>	m/s	33,1	34,7	33,5	32,0	31,4	32,7
gamma*v <sub>B</sub> /lambda	m/s	61,5	79,6	78,8	43,7	99,4	54,8
BET	m <sup>2</sup> /g	89	54	49	113	175	91
delta-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	30	85	90	10	0	25
theta-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0	5	10	0	0	0
gamma-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	70	10	0	90	100	75
Densidad en estado apisonado	g/l	38	54	64	32	26	26
Densidad de OH	OH/nm <sup>2</sup>	9,4	9,1	10,2	-	-	-
pH		5,31	6,07	5,56	5,4	5,3	5,2

\*v<sub>B</sub> = velocidad de salida desde el quemador; # basado en los gases de núcleo de aire primario, hidrógeno y gas inerte.

15 El polvo de óxido de aluminio que se ha obtenido en el Ejemplo 5 tiene un área de superficie específica según BET demasiado alta, y al mismo tiempo no se puede detectar nada de delta-óxido de aluminio. En este ejemplo, los valores para lambda y v<sub>B</sub> y el valor para gamma\*v<sub>B</sub>/lambda y la relación del aire primario al aire secundario están dentro de los intervalos reivindicados, pero no lo está el valor de gamma,.

El polvo de óxido de aluminio obtenido en el Ejemplo 6 tiene un contenido demasiado bajo de delta-óxido de aluminio. En este Ejemplo, los valores para gamma, lambda y v<sub>B</sub> y el valor para gamma\*v<sub>B</sub>/lambda están dentro de los intervalos reivindicados, pero no lo está la relación del aire primario al aire secundario.

20 **Dispersiones:**

25 Dispersión 1: 80 kg del polvo de óxido de aluminio descrito en el Ejemplo 1, correspondientes a 20 % en peso de óxido de aluminio, se introducen en porciones dentro de 280 litros de agua desionizada, cuyo valor de pH ha sido ajustado a 3,9 con ácido propiónico, en condiciones de dispersamiento (en una unidad de rotor y estator) y el dispersamiento se lleva a cabo con ..... introducido en el agua. Después de que se haya incorporado la cantidad total del polvo, la suspensión obtenida es sometida a intensas fuerzas de cizalladura durante aproximadamente 60 minutos. Durante la introducción del polvo, el pH es mantenido entre 4,0 y 4,1 por adición de ácido propiónico. El tamaño medio de los conglomerados en la dispersión es de 136 nm (determinado por medio de un dispersamiento dinámico de la luz).

30 Dispersión 2: Una porción de las dispersiones es triturada adicionalmente con un homogeneizador a alta presión, a saber el sistema Ultimaizer System de Sugino Machine Ltd., modelo HJP-25050, pero con una cámara de tres chorros en vez de la cámara de dos chorros instalada en el sistema Ultimaizer System. (El sistema Ultimaizer System es usado solamente como una bomba a alta presión). La cámara de tres chorros divide a la dispersión previa, que está bajo una alta presión, en tres corrientes parciales, cada una de las cuales es conducida hacia abajo a través de una tobera de diamante que tiene un diámetro de 0,25 mm. Los tres chorros de dispersiones, que salen a una velocidad muy alta, se encuentran unos con otros en un sitio de choque, con lo que se consigue el efecto de

dispersamiento/trituración que se ha de alcanzar. El sitio de choque está rodeado de una manera tetraédrica por unas perlas (tres perlas de base cada una de 8 mm, la perla superior de 10 mm) de zafiro. Puesto que los tres chorros de líquido están situados en un plano imaginario común, el ángulo con respecto al chorro adyacente es en cada caso de 120 °. Se escoge un valor de 250 mPa como la presión para la trituración de la dispersión previa de óxido de aluminio. Luego la dispersión puede ser enfriada sin problemas con la ayuda de un convencional intercambiador de calor. El tamaño medio de los conglomerados en la dispersión es de 51 nm (determinado por dispersamiento dinámico de la luz).

#### Agentes colorantes de tinción

Agente colorante de tinción A: Una solución acuosa de un poli(alcohol vinílico) (PVA Mowiol 40-88, de Clariant) que tiene un contenido de materiales sólidos de 12,26 %. se introduce inicialmente en un vaso de precipitados de vidrio, y se añade un cantidad de agua tal que, después de haber añadido la dispersión 2, se obtiene un agente colorante de tinción que tiene un contenido de materiales sólidos de 34 % en peso. La dispersión particular es añadida aquí a la solución del poli(alcohol vinílico), a la que se había añadido agua, mientras que se agita con un disco disolvedor a 500 revoluciones por minuto (rpm). Cuando ha terminado la adición, la mezcla se agita subsiguientemente a 500 rpm durante 30 minutos adicionales. Después de esto, los agentes colorantes de tinción son desaireados con la ayuda de un desecador y de una bomba de chorro de agua.

Agente colorante de tinción B: Es como el agente colorante de tinción A, pero la solución acuosa de poli(alcohol vinílico) (PVA Mowiol 26-98, de Clariant) tiene un contenido de materiales sólidos de 13,30 % en peso. El contenido de materiales sólidos se ajusta a 26 % en peso

Agente colorante de tinción C: Es como el agente colorante de tinción A. El contenido de materiales sólidos del agente colorante de tinción es ajustado a 26 % en peso.

Los agentes colorantes de tinción se distinguen por una viscosidad muy baja.

#### Medios de recepción de tinta

Los agentes colorantes de tinción A y B se aplican a un papel mate para la impresión por chorros de tinta (Zweckform, nº 2576) con la ayuda de una cuchilla en espiral para película húmeda de 24 micrómetros. La desecación se lleva a cabo con un aparato secador por aire. El papel revestido es luego satinado con la ayuda de una calandria de laboratorio bajo una presión de 10 bares a 50 °C. La velocidad de aplicación obtenida para el agente colorante de tinción A es de 12 g/m<sup>2</sup> y la velocidad para el agente B es de 15 g/m<sup>2</sup>. Los papeles revestidos son impresos con un Epson Stylus Color 980 con los ajustes de papel fotográfico de brillo extraordinario, 1,440 dpi, bidireccional, Epson de calibración, gamma (D): 1,8 usando una imagen de ensayo interna.

El agente colorante de tinción C es aplicado a una película de poliéster sin tratar (de Benn) que tiene un espesor de 100 micrómetros, con la ayuda de una cuchilla en espiral para película húmeda de 100 micrómetros. La desecación se lleva a cabo con un aparato secador por aire. Las películas revestidas son impresas con un Epson Stylus Color 980 con los ajustes de película brillante de calidad fotográfica, 1,440 dpi, Epson de calibración, gamma (D): 1,8, usando una imagen de ensayo interna.

El brillo visual, la adhesión y el aspecto de las imágenes de ensayo, que se obtienen con los agentes colorantes de tinción, son desde buenos hasta muy buenos.

## REIVINDICACIONES

1. Polvo de óxido de aluminio en la forma de conglomerados de partículas primarias, caracterizado porque tiene un área de superficie específica según BET de desde 10 hasta 90 m<sup>2</sup>/g y comprende como fases cristalinas, además del gamma-óxido de aluminio y/o del theta-óxido de aluminio, por lo menos 30 % de delta-óxido de aluminio.
- 5 2. Polvo de óxido de aluminio de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el área de superficie específica según BET es de 30 hasta 70 m<sup>2</sup>/g.
3. Polvo de óxido de aluminio de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el contenido de delta-óxido de aluminio es de 70 % a 95 %.
- 10 4. Polvo de óxido de aluminio de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque comprende óxido de aluminio amorfo.
5. Polvo de óxido de aluminio de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado porque el área de superficie específica según BET es de 40 a 60 m<sup>2</sup>/g, el contenido de delta-óxido de aluminio es de 80 % a 90 % y el contenido de theta-óxido de aluminio y/o el de gamma-óxido de aluminio son de 10 a 20 %.
- 15 6. Óxido de aluminio de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado porque el área de superficie específica según BET es de 70 a 90 m<sup>2</sup>/g, el contenido de delta-óxido de aluminio es de 30 % a 40 %, el contenido de theta-óxido de aluminio es de 0 a 5 % y el contenido de gamma-óxido de aluminio es de 60 a 70 %.
7. Óxido de aluminio de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 6, caracterizado porque la densidad en estado apisonado es de 10 a 200 g/l.
- 20 8. Procedimiento para la producción del polvo de óxido de aluminio de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 7, caracterizado porque
- se evapora el cloruro de aluminio y se transfiere el vapor dentro de una cámara de mezcladura por medio de un gas portador y
  - por separado de esto, se transfieren hidrógeno y aire (aire primario), que opcionalmente puede estar enriquecido con oxígeno y/o precalentado, dentro de la cámara de mezcladura, subsiguientemente
- 25
- la mezcla del vapor de cloruro de aluminio, del hidrógeno y del aire se inflama en un quemador y la llama se quema dentro de una cámara de reacción que está separada con respecto del aire del medio ambiente,
  - se introduce adicionalmente aire secundario dentro de la cámara de reacción,
  - el material sólido se separa luego con respecto de las sustancias gaseosas y subsiguientemente se trata con vapor de agua y opcionalmente con aire,
- 30 en el que
- la relación del aire primario al aire secundario es de 0,01 a 2,
  - la velocidad de salida  $v_B$  de la mezcla de reacción desde el quemador es por lo menos de 10 m/s,
  - el valor de lambda es de 1 a 4,
  - el valor de gamma es de 1 a 3, y
- 35
- el valor de gamma \*  $v_B$  / lambda es mayor que o igual a 55.
9. Dispersión, que comprende de 10 a 60 % en peso del polvo de óxido de aluminio de acuerdo con las reivindicaciones 1 hasta 7.
10. Dispersión de acuerdo con la reivindicación 9, caracterizada porque el diámetro medio de los conglomerados en la dispersión es de menos que 200 nm.

11. Uso de la dispersión de acuerdo con las reivindicaciones 9 ó 10, para la producción de medios de registro para la impresión por chorros de tinta y para la pulimentación química-mecánica.

12. Composición de revestimiento que comprende la dispersión de acuerdo con las reivindicaciones 9 ó 10 y por lo menos un agente aglutinante.

5 13. Composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 12, caracterizada porque el contenido del agente aglutinante, basado en el polvo de óxido de aluminio, está situado entre 3 y 150 % en peso.

14. Uso de la composición de revestimiento de acuerdo con la reivindicación 13 para la producción de medios de registro para la impresión por chorros de tinta.