

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 574 611**

51 Int. Cl.:

**C01F 7/02** (2006.01)

**C01F 7/30** (2006.01)

**C01F 7/44** (2006.01)

**C09C 1/40** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.01.2004 E 04700240 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.03.2016 EP 1611057**

54 Título: **Proceso para la producción de partículas de alúmina ultrafinas tipo placa**

30 Prioridad:

**07.01.2003 AU 2003900030**

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

**21.06.2016**

73 Titular/es:

**ADVANCED NANO TECHNOLOGIES PTY LTD  
(100.0%)  
3 BRODIE HALL DRIVE  
BENTLEY, WA 6102, AU**

72 Inventor/es:

**ROBINSON, JOHN, SYDNEY;  
HEATLEY, LARA, MICHELLE;  
TSUZUKI, TAKUYA;  
LEE, DAVID, ANDREW y  
MCCORMICK, PAUL, GERARD**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

**ES 2 574 611 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

Proceso para la producción de partículas de alúmina ultrafinas tipo placa

5 **Campo de la invención**

La presente invención se refiere al proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa ultra-finas sustancialmente discretas con una alta relación de aspecto.

10 La presente invención se refiere adicionalmente a partículas de alúmina tipo placa ultra-finas sustancialmente discretas usando el proceso descrito.

**Antecedentes de la invención**

15 La morfología tipo placa se realiza como un resultado del crecimiento preferencial de las partículas en direcciones cristalográficas paralelas a ciertos planos y a mecanismos de crecimiento más lentos en direcciones distintas a este plano.

20 Se sabe que las partículas con una morfología particular pueden generarse por tratamiento de calor en ciertos sistemas de flujo o diluyentes donde la fase del producto es soluble en el flujo o el diluyente. Por ejemplo se ha mostrado previamente que las partículas tipo placa de tungstato de bismuto pueden hacerse crecer durante el tratamiento de calor del óxido de bismuto y del óxido de tungsteno en mezclas de sales en estado fundido a temperaturas por encima de 650 °C. Los cloruros en estado fundido promovieron el crecimiento tipo placa, mientras que las sales de sulfato en estado fundido no lo hicieron. No se sabe en la técnica generar partículas tipo placa en sistemas en estado sólido.

25 Las partículas tipo placa tienen un potencial significativo para un amplio intervalo de aplicaciones incluyendo materiales de relleno de foco suave para cosméticos, suspensiones de pulido y recubrimiento, materiales cerámicos avanzados, materiales compuestos, recubrimientos duros, recubrimientos de papel, recubrimientos de colorantes y materiales de sustrato para pigmentos nacarados.

30 Las partículas tipo placa con una alta relación de aspecto y un bajo grado de agregación y/o aglomeración son particularmente atractivas para estas aplicaciones. "Agregación" es un término que se refiere al grado en el que las partículas se unen débilmente entre sí para formar agregados que tienen un tamaño de partícula eficaz aumentado. "Aglomeración" es un término que se refiere a partículas que están rígidamente unidas entre sí, por ejemplo por fusión parcial o por intercrecimiento. Como para la agregación, el tamaño de partícula eficaz se aumenta. El grado de agregación y/o de aglomeración de las partículas se evalúa rutinariamente usando una combinación de microscopio electrónico de barrido y análisis de tamaño de partícula por dispersión de luz láser. La concordancia estrecha entre el tamaño medio de partícula determinado por estos dos métodos indica que las partículas que están ensayándose son sustancialmente discretas es decir tienen un bajo nivel o grado de agregación y/o de aglomeración.

35 Los procesos para la producción de las partículas de alúmina tipo placa se conocen en la técnica. Por ejemplo, la alúmina laminada se produce comercialmente por la calcinación controlada de trihidrato de aluminio. Una técnica hidrotérmica para la producción de partículas de alúmina con forma de placa se describe en el documento US 5.587.010. Con técnicas conocidas, las partículas tienden a aglomerarse, requiriendo el uso de procesos caros de molienda posterior y de clasificación (véase por ejemplo el documento US 3.121.623 y el documento US 5.277.702) para separar las partículas. Las partículas también tienden a ser de forma y tamaño irregulares, excediendo las dimensiones mínimas 1 micra y de esta manera una relación de aspecto relativamente baja.

40 Ciertas de las técnicas dirigidas específicamente a lograr altas relaciones de aspecto y a formar partículas tipo placa sustancialmente discretas conocidas en la técnica requieren condiciones antieconómicas de temperatura y presión para formar partículas tipo placa. Un ejemplo de una técnica tal se desvela en el documento US 5.702.519 (Merck) que describe un proceso para la producción de placas no agregadas de alfa alúmina con una alta relación de aspecto. La patente de *Merck* desvela un proceso que implica la etapa de preparar soluciones acuosas de sales de aluminio y titanio solubles en agua. La disolución completa de estas sales es esencial para evitar la aglomeración del producto final. Los materiales de partida, es decir las sales, se disuelven completamente como una primera etapa. El proceso de *Merck* se lleva a cabo preferentemente a altas temperaturas entre 900 y 1400 °C.

45 La presente invención se desarrolló con la vista de proporcionar como procesos alternativos para la producción de partículas de alfa alúmina tipo placa sustancialmente discretas con una alta relación de aspecto.

50 A lo largo de esta memoria descriptiva y en las reivindicaciones adjuntas, la frase "que comprende" se usa de forma inclusiva, en el sentido de que puede haber otras características y/o etapas incluidas en la invención sin definir expresamente o comprendidas en las características o las etapas posteriormente definidas o descritas. Lo que tales otras características y/o etapas pueden incluir será evidente a partir de la memoria descriptiva leída en

conjunto.

### Sumario de la invención

5 De acuerdo con la presente invención se proporciona un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa con una alta relación de aspecto, comprendiendo el proceso las etapas de:

10 formar una mezcla de partículas de tamaño nanométrico de un compuesto precursor de aluminio y una fracción en volumen suficiente de un diluyente, donde la fracción en volumen suficiente del diluyente es al menos el 80 % del volumen total de la mezcla y añadir un mineralizador al diluyente para formar un sistema diluyente-mineralizador; y

15 tratar por calor la mezcla para formar partículas de alfa alúmina tipo placa sustancialmente discretas dispersadas en el sistema diluyente-mineralizador, caracterizadas por que la etapa de tratar por calor la mezcla se lleva a cabo por debajo de las *liquidus* del sistema diluyente-mineralizador.

La frase tamaño nanométrico se entenderá fácilmente por los expertos en la materia relevante para referirse a partículas que tienen un tamaño más pequeño que una micra. El intervalo de tamaño preferido para las partículas de tamaño nanométrico de la presente invención es menos de 100 nm y preferentemente menos de 50 nm.

20 Ha de entenderse claramente que el producto del proceso no necesita comprender solamente partículas de alfa alúmina. Por ejemplo, también pueden estar presentes partículas de gamma alúmina. Además, la temperatura de la etapa del tratamiento por calor puede seleccionarse para controlar las cantidades relativas de partículas de gamma alúmina y de partículas de alfa alúmina tipo placa que se forman. Por ejemplo, si un producto preferido requiere que solamente un 50 % de las partículas estén en la forma de alfa alúmina tipo placa, la etapa de tratar por calor puede  
25 llevarse a cabo a una temperatura inferior que la seleccionada para producir un producto que requiera el 90 % de partículas de alfa alúmina tipo placa.

Preferentemente las partículas de tamaño nanométrico del compuesto precursor de aluminio son sustancialmente discretas, es decir hay una concordancia estrecha entre el tamaño medio de partícula determinado usando  
30 microscopio electrónico de barrido y análisis de tamaño de partícula por dispersión de luz láser.

Preferentemente, el proceso incluye adicionalmente la etapa de retirar el diluyente de las partículas de alfa alúmina tipo placa sustancialmente discretas después de la etapa del tratamiento por calor.

35 El término "diluyente" en este punto se usa para describir una sustancia en forma sólida o líquida que "diluye" la mezcla y se añade para ayudar a mantener la separación de las partículas tanto del compuesto precursor de alúmina y/o como de las partículas de alfa alúmina tipo placa a lo largo de todo el proceso. El diluyente puede reaccionar con el compuesto precursor de aluminio o puede estar presente como un espectador.

40 Preferentemente, el diluyente es soluble en un disolvente que retira selectivamente el diluyente y que no reacciona con las partículas de alfa alúmina tipo placa y la etapa de retirar el diluyente después de la etapa del tratamiento por calor comprende la etapa de lavar con el disolvente. Más preferentemente el disolvente es agua o un alcohol.

La fracción en volumen suficiente del diluyente es al menos el 80 % del volumen total de la mezcla.

45 Aunque puede usarse un amplio intervalo de diluyentes, los diluyentes preferidos se seleccionan para estimular el crecimiento tipo placa de las partículas de alfa alúmina durante el tratamiento por calor. Un diluyente preferido es una sal metálica tal como sulfato sódico, sulfato potásico o cloruro sódico. El cloruro sódico se prefiere altamente ya que es barato y fácilmente disponible.

50 Un mineralizador en forma de un fluoruro metálico también puede añadirse al diluyente para formar un sistema diluyente-mineralizador. Los fluoruros metálicos preferidos son fluoruro sódico, fluoruro cálcico, fluoruro de aluminio y fluoruro de sodio y aluminio (criolita).

55 Las condiciones para el tratamiento de calor de la mezcla dependen del diluyente o del sistema diluyente-mineralizador particulares usados. La ventaja de usar un sistema diluyente-mineralizador es que la etapa de tratamiento por calor puede llevarse a cabo a una temperatura menor que para un diluyente usado solo.

60 La etapa de tratar por calor la mezcla se lleva a cabo por debajo de la *liquidus* del sistema diluyente-mineralizador para mantener la separación entre las partículas tipo placa conforme se forman.

Preferentemente, el compuesto precursor de aluminio es hidróxido de aluminio. El hidróxido de aluminio es barato, fácilmente disponible, fácil de manejar y se deshidrata fácilmente para formar óxido de aluminio.

65 El proceso descrito en el documento WO 99/59754 puede usarse para producir partículas de tamaño nanométrico sustancialmente discretas de un compuesto precursor de alúmina como el material de partida para el proceso de

acuerdo con el primer aspecto de la presente invención.

Otro precursor de aluminio adecuado incluye sulfato de aluminio, nitrato de aluminio y cloruro de aluminio. Con estos compuestos precursores, el proceso preferentemente comprende además las etapas de moler el compuesto precursor de aluminio con un diluyente adecuado tal como hidróxido sódico de acuerdo con el método descrito en la solicitud de patente internacional del solicitante WO 99/59754.

Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa ultrafinas sustancialmente discretas que tienen una alta relación de aspecto puede comprender:

moler una mezcla de un compuesto precursor de aluminio y una fracción en volumen suficiente de un diluyente para formar una dispersión de partículas de tamaño nanométrico de un compuesto de aluminio intermedio en el diluyente; y

a partir de entonces tratar por calor la dispersión para convertir las partículas de tamaño nanométrico del compuesto de aluminio intermedio en partículas tipo placa sustancialmente discretas de alfa alúmina.

Preferentemente el proceso comprende además la etapa de retirar el diluyente de tal manera que las partículas tipo placa ultra-finas se quedan atrás en forma de un polvo ultrafino. Preferentemente la etapa de retirar el diluyente incluye la etapa de lavar con un disolvente que disuelve selectivamente el diluyente mientras que no reacciona con las partículas de alúmina tipo placa.

El compuesto intermedio de aluminio sería típicamente un hidróxido de aluminio o un óxido de aluminio. El compuesto precursor de aluminio sería típicamente hidróxido de aluminio.

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención se proporciona un producto de acuerdo con los procesos descritos anteriormente. Un producto tal es adecuado para usar en las siguientes aplicaciones: cosméticos de foco suave, pigmentos nacarados, componentes cerámicos, recubrimientos de colorantes y recubrimientos duros.

Las partículas de alfa alúmina tipo placa producidas de acuerdo con la presente invención tienen una relación de aspecto de anchura a diámetro de entre 1:10 y 1:100 y más preferentemente entre 1:20 y 1:50. La relación de aspecto preferida depende de la aplicación particular para la que se requieren los polvos. Las partículas de alúmina tipo placa tienen un diámetro entre 0,1 y 30 micras. Preferentemente las partículas de alúmina tipo placa tienen un grosor de entre 50 y 200 nm.

### Breve descripción de los dibujos

Para facilitar un entendimiento más detallado de la naturaleza de la invención, las realizaciones preferidas del proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa ultrafinas se describirá ahora en detalle, a modo de ejemplo, solamente, por referencia a los dibujos que acompañan, en los cuales:

La Figura 1 es una Micrografía de Barrido Electrónico de las partículas tipo placa de alúmina de acuerdo con el Ejemplo 1;

La Figura 2 es una Micrografía de Barrido Electrónico de las partículas tipo placa de alúmina, muchas de las cuales se entrelazan debido al intercrecimiento realizado de acuerdo con el Ejemplo 2;

La Figura 3 es una Micrografía de Barrido Electrónico de las partículas tipo placa de alúmina realizadas de acuerdo con el Ejemplo 3;

La Figura 4 es una Micrografía de Barrido Electrónico de las partículas tipo placa de alúmina realizadas de acuerdo con el Ejemplo 4;

La Figura 5 es una representación gráfica que muestra la distribución de tamaño del diámetro de las partículas tipo placa de la Figura 4;

La Figura 6 es una Micrografía de Barrido Electrónico de las partículas tipo placa de alúmina realizadas de acuerdo con el Ejemplo 5;

La Figura 7 es una representación gráfica que muestra la distribución de tamaño de las partículas tipo placa de la Figura 6; y

La Figura 8 es una Micrografía de Barrido Electrónico que muestra las partículas de alúmina realizadas de acuerdo con el Contra-ejemplo 1 con morfología tabular, baja relación de aspecto y agrupaciones entrelazadas.

### Descripción detallada de las realizaciones preferidas

Antes de que se describan los ejemplos ilustrativos de los presentes procesos y de los productos, se entiende que la presente invención no se limita a los diluyentes, los mineralizadores o los compuestos precursores de aluminio particulares descritos. También ha de entenderse que la terminología usada en el presente documento es para el fin de describir solamente ejemplos particulares y no está destinada a limitar el alcance de la presente invención. Salvo que se defina de otra manera, todos los términos técnicos y científicos usados en el presente documento tienen el mismo significado que se entiende comúnmente por un experto en la materia a quien la presente invención pertenece.

Aunque otros tipos de diluyentes, mineralizadores y compuestos precursores así como funciones de tratamiento por calor similares o equivalentes a aquellas descritas en el presente documento pueden usarse para practicar o ensayar los diversos aspectos de la presente invención, los materiales y los procesos preferidos se describen ahora con referencia a la producción de alúmina tipo placa que tenga una alta relación de aspecto.

5 Ha de entenderse claramente que la presente invención es igualmente aplicable a la producción de una mezcla de nanopartículas de gamma alúmina así como partículas tipo placa de alfa alúmina.

10 La presente invención se basa en una observación inicial del crecimiento tipo placa que se da para ciertas combinaciones de compuestos precursores de aluminio y diluyentes cuando la temperatura de una mezcla de partículas de tamaño nanométrico de un compuesto precursor de aluminio se dispersaron en un diluyente particular y se calcinaron (calentaron en aire).

15 La elección del diluyente se encontraría que también gobierna la temperatura a la cual ocurre la transformación en un hábito de crecimiento tipo placa durante el tratamiento por calor. Los diluyentes adecuados incluyen sales metálicas tales como NaCl, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> y K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Un sistema diluyente-mineralizador puede formarse mezclando uno o más de estos diluyentes con un fluoruro metálico tal como AlF<sub>3</sub>, Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub> o mezclas de los mismos.

20 Dependiendo de la elección del diluyente o del sistema diluyente-mineralizador, la morfología tipo placa puede generarse con el diluyente en forma sólida o líquida.

25 Cuando el tratamiento por calor se realiza a una temperatura por encima del punto de fusión del diluyente o diluyentes o por encima de la *liquidus* de un sistema diluyente-mineralizador, las partículas de alúmina tipo placa tienden a formar agrupamientos entrecruzantes como resultado del intercrecimiento en la fase líquida. Para formar partículas tipo placa sustancialmente discretas en estas condiciones, la mezcla se agita.

30 Cuando el tratamiento por calor se realiza por debajo del punto de fusión del diluyente o diluyentes o por debajo de la *liquidus* del sistema diluyente-mineralizador, el intercrecimiento de las partículas tipo placa se evita por virtud del hecho de que están presentes suficientes partículas sólidas del diluyente para separar las partículas tipo placa vecinas entre sí durante el crecimiento.

35 A lo largo de los siguientes ejemplos ilustrativos, se usa hidróxido de aluminio como el compuesto precursor de aluminio preferido solamente a modo de ejemplo y no está destinado a limitar el alcance de la presente invención de ningún modo. Cuando se usa hidróxido de aluminio como el compuesto precursor, la etapa de tratar por calor provoca la deshidroxilación del hidróxido de aluminio como una primera etapa. Los granos a nanoescala de gamma alúmina se forman dentro de la mezcla y posteriormente se transforman en partículas tipo placa de alfa alúmina ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) conforme la temperatura del tratamiento por calor se aumenta adicionalmente.

40 A partir de los ejemplos ilustrativos a seguir y sin desear quedar unidos a teoría alguna se entiende que los siguientes factores contribuyen a la formación de partículas de alfa alúmina tipo placa sustancialmente discretas con una alta relación de aspecto:

45 a) El tamaño de partícula inicial del compuesto precursor de aluminio determina la dimensión mínima de la partícula tipo placa, es decir, su grosor. De esta manera, para lograr un grosor mínimo de las partículas de alúmina tipo placa, el tamaño de partícula inicial del compuesto precursor de aluminio se ha seleccionado que sea de dimensiones nanométricas. En el límite de no crecimiento en la dirección del crecimiento lento, la dimensión mínima (grosor) de las partículas de alúmina tipo placa sería igual al tamaño de partícula inicial del compuesto precursor de aluminio.

50 b) El diluyente debe estar presente en una fracción de volumen suficiente con respecto al volumen de partículas del compuesto precursor de aluminio para que las partículas de alúmina tipo placa en crecimiento se mantengan separadas durante el tratamiento por calor. Se prefiere una fracción en volumen del diluyente o del sistema diluyente-mineralizador en un exceso del 80 %.

55 c) El diluyente debe elegirse para promover el crecimiento tipo placa de las partículas de alúmina durante el tratamiento por calor. Las sales específicas y/o los mineralizadores han mostrado que exhiben esta propiedad que, sin desear quedar ligados a teoría alguna, parece deberse a la estabilización de interfaces particulares durante el crecimiento.

60 d) La etapa de tratamiento por calor puede llevarse a cabo a una temperatura bien por encima o bien por debajo del punto de fusión del diluyente o la *liquidus* de un sistema diluyente-mineralizador. Cuando el tratamiento por calor se lleva a cabo a una temperatura a la cual el diluyente o el sistema diluyente-mineralizador están en una fase líquida, se ha descubierto que las partículas de alúmina tipo placa tienden a formar agrupaciones entrecruzadas que se entiende que es el resultado del intercrecimiento en la fase líquida. Las partículas tipo placa sustancialmente discretas se producen agitando el baño del diluyente o del sistema diluyente-mineralizador líquidos para prevenir tal intercrecimiento. La agitación puede lograrse por mezcla mecánica, rotación del

recipiente, el uso de corrientes de convección, calentamiento por inducción o cualquier otro método que imparta un movimiento relativo de las partículas en el fluido, para prevenir el entrecruzamiento de las partículas.

e) Cuando el tratamiento por calor se realiza por debajo del punto de fusión del diluyente o, de acuerdo con la presente invención, por debajo de la *liquidus* de un sistema diluyente-mineralizador, se entiende que el intercrecimiento de las partículas de alúmina tipo placa se evita por virtud del hecho de que suficiente diluyente o sistema diluyente-mineralizador separa las partículas vecinas de alúmina tipo placa las unas de las otras durante el crecimiento. La agitación no se requiere cuando la etapa del tratamiento por calor se lleva a cabo por debajo del punto de fusión del diluyente o de la *liquidus* del sistema diluyente-mineralizador.

En cada uno de los ejemplos ilustrativos descritos a continuación, el diluyente es soluble en agua y se retira de las partículas de alúmina tipo placa después del tratamiento por calor lavando repetidamente, preferentemente con agua desionizada. Entre lavados, las partículas de alúmina tipo placa se separan de la solución de lavado se separan de la solución de lavado bien por decantación en un tambor de 30 litros o por centrifugación en un tubo de centrifuga de 40 cc, dependiendo del tamaño de la muestra. Se espera que un experto en la materia pueda divisar otros métodos para retirar el diluyente de las partículas de alúmina tipo placa sin salir del concepto inventivo de la presente invención. Por ejemplo, pueden usarse otros disolventes tales como alcoholes. Todas las tales variaciones se considera que están dentro del alcance de la presente invención para el cual los siguientes ejemplos son solamente para fines ilustrativos.

#### **Ejemplo 1: Al(OH)<sub>3</sub> en diluyente Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, agitado durante el tratamiento por calor**

180 g de hidróxido de aluminio como un compuesto precursor y 820 g de sulfato sódico como un diluyente se molieron durante 1 hora a 400 rpm en un molino de desgaste por rozamiento de 7 litros usando 25 kg de bolas de acero inoxidable de 6,35 mm de diámetro para formar partículas de hidróxido de aluminio de tamaño nanométrico.

900 g del polvo resultante se añadieron a un crisol de alúmina de 4 litros que contenía 2,27 kg de sulfato sódico pre-molido a 1100 °C. La mezcla se agitó mecánicamente a 60 rpm por dos barras de agitación de alúmina durante la adición del polvo molido y durante una hora adicional mientras que la mezcla se mantuvo a 1100 °C.

Los estudios de difracción por rayos X y de microscopía electrónica confirmaron que el material resultante consistía en plaquetas de alfa alúmina de 0,5-3 micras de diámetro con un grosor de 50-100 nm. Las partículas de alúmina tipo placa eran sustancialmente discretas como se ilustra en la micrografía electrónica de barrido de la Figura 1.

#### **Ejemplo 2: Al(OH)<sub>3</sub> en diluyente NaCl sin agitación**

100 g de hidróxido de aluminio como un compuesto precursor y 1000 g de cloruro sódico como un diluyente se molieron durante 2 horas a 600 rpm en un molino de desgaste por rozamiento de 7 litros usando 25 kg de bolas de acero inoxidable de 6,35 mm de diámetro. La mezcla según se molió consistía en nano partículas de hidróxido de aluminio, aproximadamente de 5 nm de tamaño embebidas en una matriz de cloruro sódico.

El polvo resultante se trató por calor en un envase sellado a temperaturas entre 600 y 1300 °C. Las muestras calcinadas entre 600 y 800 °C consistían en nanopartículas equiaxiales de gamma alúmina. Calcinar entre 900 y 1200 °C dio como resultado una mezcla de gamma y alfa alúmina. La calcinación a 1300 °C dio como resultado un producto de fase única que consistía en partículas tipo placa de alfa alúmina de 50-100 nm de grosor y 0,5-5 micras de diámetro.

La Figura 2 muestra una micrografía electrónica de barrido de este material, se encontró que muchas de las partículas de alúmina tipo placa estaban entrecruzadas como consecuencia del intercrecimiento.

#### **Ejemplo 3: Al(OH)<sub>3</sub> en diluyente NaCl, con mineralizador, tratamiento por calor en estado sólido que da lugar a partículas tipo placa de 0,5-5 micras (de acuerdo con la presente invención)**

1,04 g de hidróxido de aluminio como un precursor se molieron con 6,88 g de NaCl y 0,08 g de criolita (Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub>) como un mineralizador durante 3 horas en un molino mezclador Spex usando 80 g de bolas de acero inoxidable de 12,7 mm de diámetro para formar partículas de hidróxido de aluminio de tamaño nanométrico. Se sabe que la criolita es soluble en cloruro sódico, formando un sistema diluyente-mineralizador eutéctico, con una temperatura eutéctica de 730 °C.

Una muestra del polvo resultante se trató por calor a 500 °C durante 30 minutos y se lavó en agua desionizada para examinar el tamaño de partícula antes de la transformación a la fase alfa. Las mediciones de difracción por rayos X confirmaron que el material resultante era gamma alúmina. Los estudios de microscopía electrónica revelaron que las partículas eran nano partículas equiaxiales de aproximadamente 5 nm de tamaño.

El polvo que quedaba se trató por calor durante 2 horas por debajo de la temperatura eutéctica, a 270 °C. Los estudios de difracción por rayos X y de microscopía electrónica confirmaron que el material resultante consistía en

plaquetas de alfa alúmina de 0,5-5 micras de diámetro con un grosor de 50-100 nm. Las partículas eran esencialmente plaquetas individuales con bajos niveles de aglomeración. La Figura 3 muestra una micrografía electrónica de barrido del material producido usando el Ejemplo 3.

5 **Ejemplo 4:  $\text{Al}(\text{OH})_3$  en diluyente NaCl, con mineralizador, tratamiento por calor en estado sólido por debajo de la temperatura *liquidus* que da lugar a partículas tipo placa de 0,1-9 micras** (de acuerdo con la presente invención)

10 500 g de hidróxido de aluminio como un compuesto precursor se molieron con 4450 g de cloruro sódico como un diluyente y 50 g de criolita ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ ) como un mineralizador durante 90 minutos en un molino de desgaste por rozamiento de 33 litros a 270 rpm, usando 100 kg de bolas de acero inoxidable de 6,35 mm de diámetro para formar partículas de hidróxido de aluminio de tamaño nanométrico. La temperatura *liquidus* para la composición del sistema diluyente-mineralizador es 795-800 °C.

15 El polvo resultante se trató por calor durante 2 horas a 780 °C. Los estudios de difracción de rayos X y microscopía electrónica confirmaron que el material resultante consistía en partículas de alfa alúmina tipo placa de 0,1-9 micras de diámetro con un grosor de 50-150 nm. Las partículas sustancialmente discretas eran plaquetas esencialmente individuales con bajos niveles de agregación. La Figura 4 muestra una micrografía electrónica de barrido de este material. La Figura 5 muestra la distribución del tamaño de las plaquetas en la muestra producida en el Ejemplo 4,  
20 determinada por dispersión de luz láser.

25 **Ejemplo 5:  $\text{Al}(\text{OH})_3$  parcialmente deshidratado en diluyente NaCl con mineralizador, tratamiento por calor por debajo de la temperatura *liquidus* que da lugar a partículas tipo placa de 1-30 micras** (de acuerdo con la presente invención)

650 g de hidróxido de aluminio como un compuesto precursor que se había secado hasta una pérdida de masa del 23 % a 230 °C se molieron con 4300 g de cloruro sódico como un diluyente y 50 g de criolita como un mineralizador durante 90 minutos a 270 rpm en un molino de desgaste por rozamiento de 33 litros usando 100 kg de bolas de  
30 hidróxido de aluminio de tamaño nanométrico. Las mediciones de difracción por rayos X mostraron que el material de partida de hidróxido era predominantemente bohemita ( $\text{AlOOH}$ ), con una pequeña fracción de gibsita ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) restante.

El polvo resultante se trató por calor durante 2 horas a 780 °C. Los estudios de difracción de rayos X y de  
35 microscopía electrónica confirmaron que el material resultante consistía en plaquetas de alfa alúmina de 1-30 micras de diámetro con un grosor de 50-200 nm. Las partículas eran esencialmente plaquetas individuales con bajos niveles de agregación. La Figura 6 muestra una micrografía electrónica de barrido típica de este material. La Figura 7 muestra la distribución de tamaño de las plaquetas de la muestra de la Figura 6, determinada por dispersión de luz  
40 láser.

45 **Contra Ejemplo 1: Uso de diluyente insuficiente al moler que dar lugar a alúmina “tabular”**

520 g de hidróxido de aluminio como un precursor se molieron con 460 g de cloruro sódico como un diluyente y 10 g de criolita como un mineralizador durante 1 hora a 500 rpm en un molino de desgaste por rozamiento de 7 litros  
45 usando 25 kg de bolas de acero inoxidable de 6,35 mm de diámetro para formar partículas de hidróxido de aluminio de tamaño nanométrico. Esta relación de masa dio lugar a una fracción en volumen de diluyente (cloruro sódico/criolita) de aproximadamente un 50 %.

El polvo resultante se trató por calor durante 2 horas a 780 °C. Los estudios de difracción de rayos X y de  
50 microscopía electrónica confirmaron que el producto de este proceso consistía en alfa alúmina. Las partículas tenían morfología tabular con una baja relación de aspecto y formaron agrupaciones entrecruzadas. Las placas tenían 1-5 micras de diámetro y 0,25-1 micra de grosor. La Figura 8 muestra una micrografía electrónica de barrido típica de este material.

55 **Contra Ejemplo 2: Retirada del diluyente antes del tratamiento por calor, morfología tipo placa ausente del producto**

1,04 g de hidróxido de aluminio como un precursor se molieron con 6,96 g de cloruro sódico como diluyente durante  
60 3 horas en un molino mezclador Spex usando 80 g de bolas de acero inoxidable de 12,7 mm de diámetro.

2 g del polvo molido se lavaron una única vez usando 12 ml de agua desionizada, con la intención de retirar el 75 % del diluyente cloruro sódico. El polvo se secó y se trató por calor a 1300 °C durante 1 hora. Cualquier diluyente cloruro sódico que quedara se retiró lavando seis veces con agua desionizada.

Los estudios de difracción de rayos X y de microscopía electrónica revelaron que el material resultante consistía en  
65 partículas porosas de alfa alúmina de 10-300 micras de tamaño. No se observó la morfología tipo placa.

**REIVINDICACIONES**

1. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa que comprenden las etapas de:
  - 5 formar una mezcla de partículas de tamaño nanométrico de un compuesto precursor de aluminio y una fracción en volumen suficiente de un diluyente, donde la fracción en volumen suficiente del diluyente es al menos el 80 % del volumen total de la mezcla y añadir un mineralizador al diluyente para formar un sistema diluyente-mineralizador; y
  - 10 tratar por calor la mezcla para formar partículas de alfa alúmina tipo placa sustancialmente discretas dispersadas en el sistema diluyente-mineralizador, **caracterizadas por que** la etapa de tratar por calor la mezcla se lleva a cabo por debajo de la *liquidus* del sistema diluyente-mineralizador.
2. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con la reivindicación 1 que comprende adicionalmente la etapa de retirar el diluyente después de la etapa de tratamiento por calor.
- 15 3. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con la reivindicación 2 donde el diluyente es soluble en un disolvente y la etapa de retirar el diluyente de la mezcla comprende la etapa de lavar con el disolvente después de la etapa de tratamiento por calor.
- 20 4. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con la reivindicación 3 donde el disolvente es agua o un alcohol.
5. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde el diluyente es una sal metálica.
- 25 6. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con la reivindicación 5 donde la sal metálica se selecciona del grupo que comprende; sulfato sódico, sulfato potásico y/o cloruro sódico.
7. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde el mineralizador es un fluoruro metálico.
- 30 8. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde el fluoruro metálico se selecciona del grupo que comprende adicionalmente: fluoruro sódico, fluoruro cálcico, fluoruro de aluminio y/o fluoruro de aluminio sódico.
- 35 9. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde el compuesto precursor de aluminio se selecciona del grupo que comprende: hidróxido de aluminio, sulfato de aluminio, nitrato de aluminio y/o cloruro de aluminio.
- 40 10. Un proceso para la producción de partículas de alúmina tipo placa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores donde las partículas de tamaño nanométrico del compuesto precursor de aluminio son sustancialmente discretas.

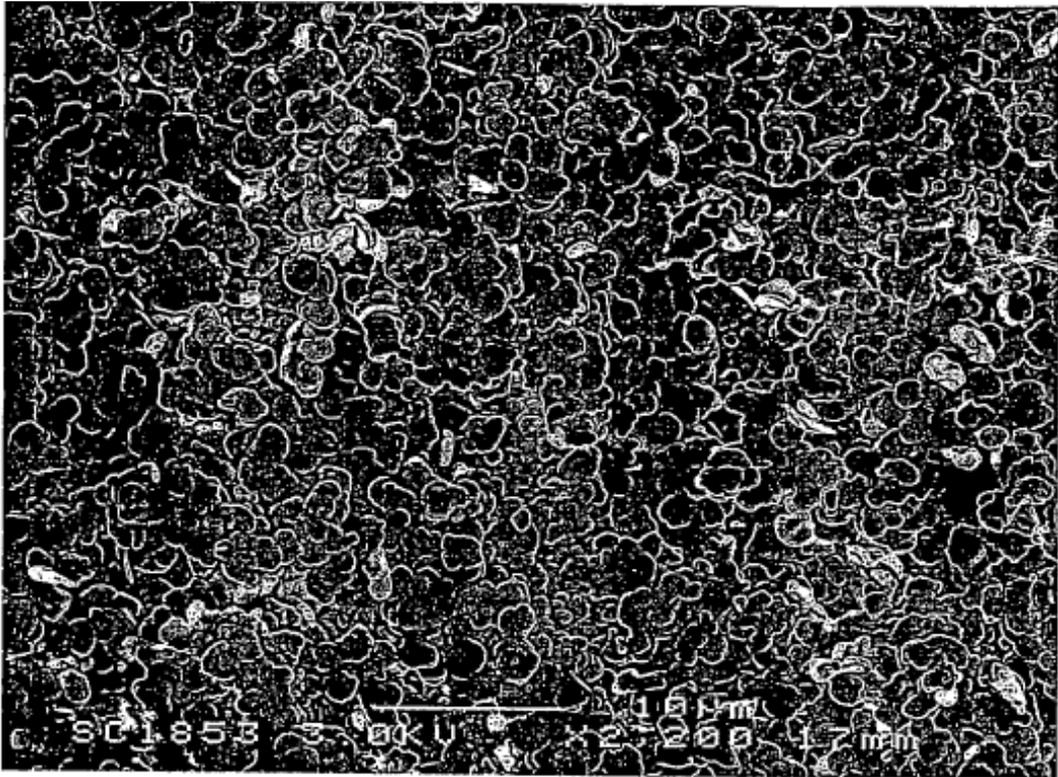


Figura 1

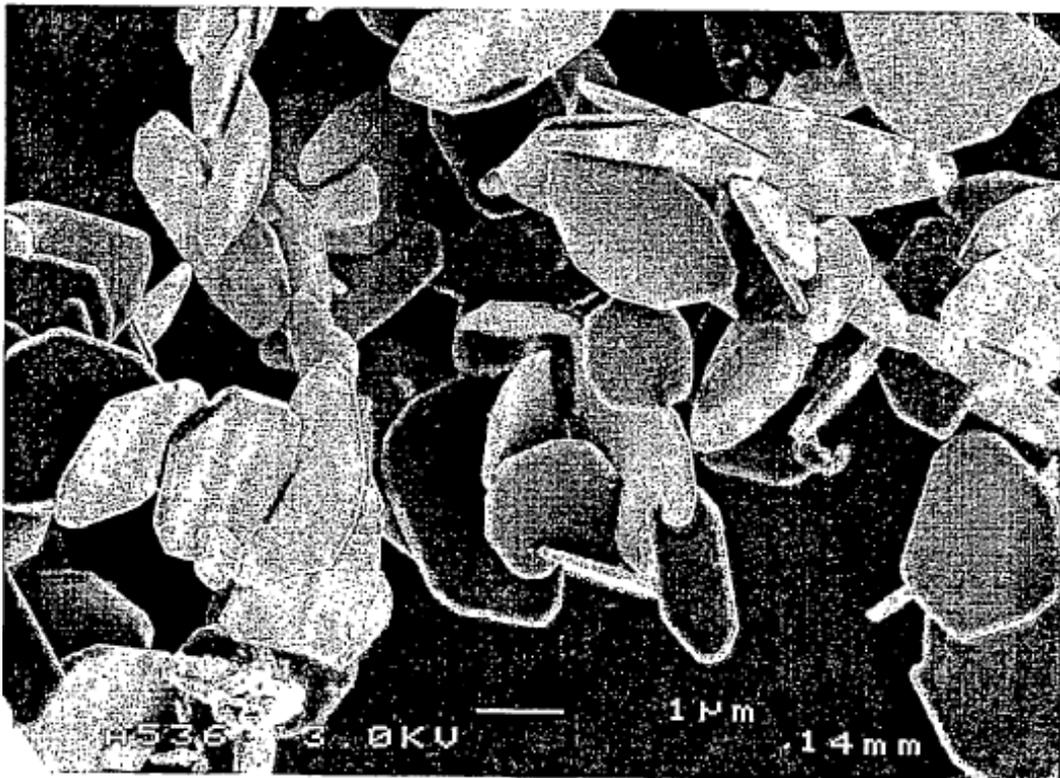


Figura 2



Figura 3

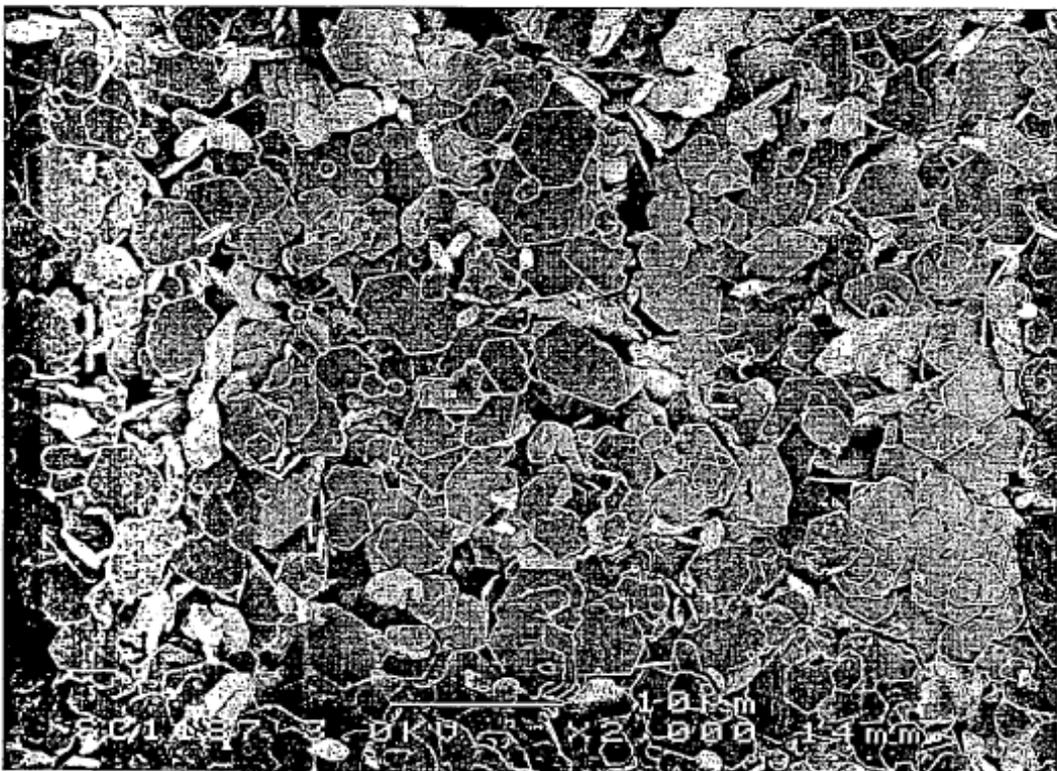


Figura 4

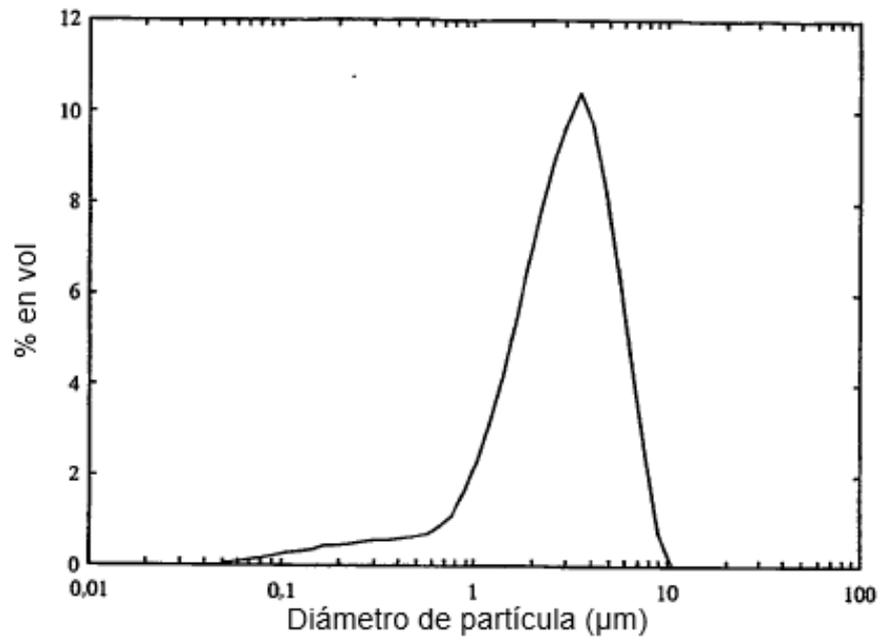


Figura 5



Figura 6

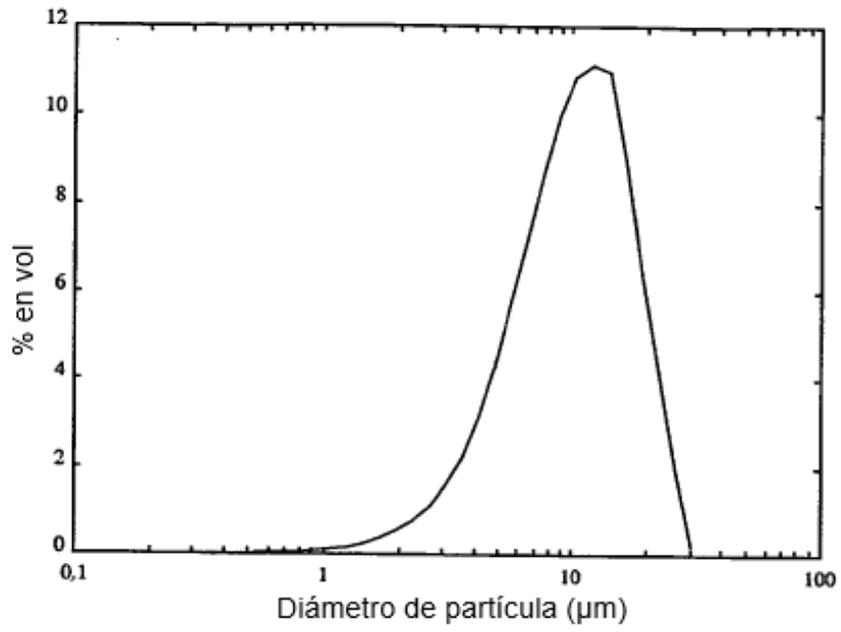


Figura 7

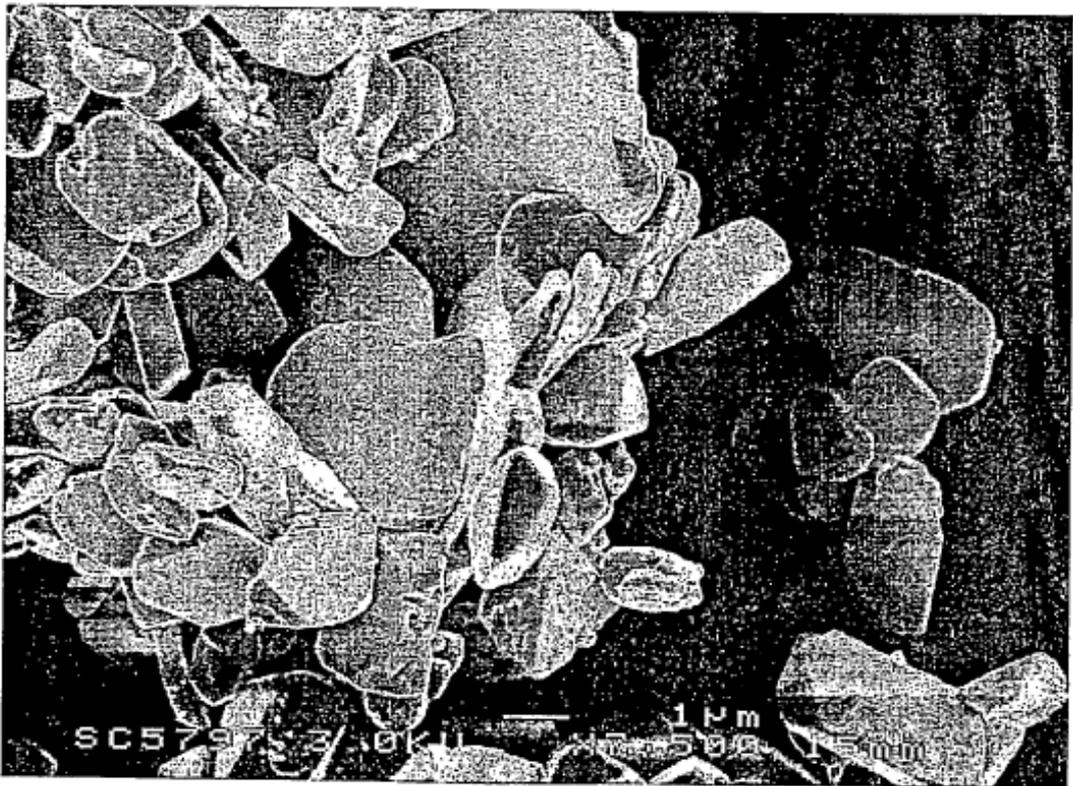


Figura 8