

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 581 656**

51 Int. Cl.:

C09C 1/40 (2006.01)
C01B 25/36 (2006.01)
C01B 25/40 (2006.01)
C08K 3/32 (2006.01)
B82Y 30/00 (2011.01)
C09D 5/02 (2006.01)
C09D 7/12 (2006.01)
C09D 11/037 (2014.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.02.2009 E 09710203 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.04.2016 EP 2254953**

54 Título: **Suspensión de fosfato de aluminio**

30 Prioridad:

12.02.2008 US 65493

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

06.09.2016

73 Titular/es:

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
(50.0%)
Citade Universitaria "Zeferino Vaz" Barão
Geraldo
CEP-13081-970 Campinas, SP, BR y
BUNGE AMORPHIC SOLUTIONS LLC (50.0%)**

72 Inventor/es:

**GALEMBECK, FERNANDO;
SALES BARBOSA, CESAR AUGUSTO y
BRAGA, MELISSA**

74 Agente/Representante:

ROEB DÍAZ-ÁLVAREZ, María

ES 2 581 656 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

Suspensión de fosfato de aluminio

- 5 Esta solicitud reivindica prioridad a la Solicitud Provisional de Estados Unidos n.º 61/065.493 presentada el 12 de febrero de 2008.

Campo de la invención

- 10 En la presente se proporcionan composiciones en forma de suspensión que comprende fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, polifosfato de aluminio o sus combinaciones y un dispersante. Las partículas de fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio, metafosfato de aluminio o polifosfato de aluminio en la suspensión se caracterizan por uno o más huecos. Además, se proporcionan usos de dichas composiciones en pintura y otras aplicaciones.

15

Antecedentes de la invención

- 20 El pigmento de dióxido de titanio es el pigmento blanco más utilizado en pintura debido a su fuerte capacidad de retrodispersión de la luz visible, que a su vez depende de su índice de refracción. Se han buscado sustitutos para el dióxido de titanio, pero los índices de refracción de las formas anatasa y rutilo del dióxido de titanio son mucho mayores que los de cualquier otro polvo blanco, por razones estructurales.

- 25 Los pigmentos de dióxido de titanio son insolubles en vehículos de revestimiento en los que están dispersos. Las propiedades de rendimiento de dichos pigmentos de dióxido de titanio, incluidas sus características físicas y químicas, están determinadas por el tamaño de partícula del pigmento y la composición química de su superficie. Las capacidades decorativas y funcionales del dióxido de titanio se deben a su poder de dispersión que hacen que sea un pigmento muy deseable. Sin embargo, el dióxido de titanio es conocido por ser un pigmento caro de fabricar. Por consiguiente, existe la necesidad de un sustituto para el dióxido de titanio como pigmento más asequible.

- 30 Las partículas de fosfato de aluminio amorfo se han presentado en la bibliografía como sustituto del pigmento blanco de dióxido de titanio en pinturas y otras aplicaciones. Por ejemplo, véanse, publicaciones de patente de Estados Unidos n.º 2006/0211798 y 2006/0045831 y 2008/00038556.

- 35 La solicitud de patente PCT WO 2008/017135 se refiere a procesos para preparar composiciones que comprenden fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio que comprenden partículas huecas. Además, se proporcionan usos de dichas partículas como pigmentos en pinturas. También se proporcionan composiciones de fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio y polifosfato de aluminio en forma de suspensión. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio además comprende un ion, tal como un ion de sodio, potasio o litio. El "fosfato o polifosfato de aluminio" puede ser "amorfo".

40

- 45 La solicitud de patente PCT WO 2006/024959 A2 se refiere a un producto de pigmento a base de fosfato o polifosfato de aluminio que se prepara mediante un proceso que comprende el contacto de ácido fosfórico con sulfato de aluminio y una solución alcalina para producir un producto a base de fosfato de aluminio; y opcionalmente calcinar el producto a base de fosfato de aluminio a una temperatura elevada, en el que el proceso está esencialmente libre de un ácido orgánico. El pigmento a base de fosfato o polifosfato de aluminio es amorfo. El fosfato o polifosfato de aluminio amorfo se caracteriza por una densidad aparente inferior a 2,30 gramos por centímetro cúbico y una relación molar de fósforo a aluminio superior a 0,8. La composición es útil en pinturas y como sustituto para el dióxido de titanio.

- 50 La divulgación del documento (J. Faison y R.A. HABER: "Uso de polifosfatos como desfloculantes de alúmina", CERAMIC ENGINEERING AND SCIENCE PROCEEDINGS, vol. 12. n.º 1-2, 1991, págs. 106-115) se limita al uso de polifosfatos como desfloculantes de alúmina. En particular, este documento hace referencia a los estudios sobre el uso de desfloculantes de fosfato en suspensiones acuosas de alúmina de moldeo en barbotina que se realizaron para definir los efectos de la longitud de la cadena y la concentración sobre la viscosidad de la suspensión. En base al peso, los fosfatos de cadena más larga tales como el hexametáfosfato de sodio (n = 13) y fosfatos vítreos (n = 6, 21) proporcionaron una reducción de la viscosidad más eficaz en comparación con los fosfatos de cadena más corta tales como el pirofosfato tetrasódico (n = 2) y tripolifosfato sódico (n = 13). Sin embargo, se comprobó que los fosfatos de cadena más larga están sometidos a degradación con el tiempo, mientras que los fosfatos de cadena corta no lo estaban.

Existe una necesidad continua de desarrollar composiciones eficientes y rentables de fosfato de aluminio amorfo.

Sumario de la invención

5 En este documento se proporciona una composición en forma de suspensión que comprende partículas de fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, polifosfato de aluminio o una de sus mezclas y un dispersante, como se define en las reivindicaciones. También se proporciona un proceso para la fabricación de las composiciones como se define en las reivindicaciones. Las partículas de fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio, metafosfato de aluminio o polifosfato de aluminio en la suspensión se caracterizan por uno o más huecos por partícula de fosfato de aluminio amorfo, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio cuando se encuentra en forma pulverizada. En una realización, las partículas de fosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio en la suspensión se caracterizan por uno a cuatro huecos por partícula de fosfato de aluminio amorfo, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio, cuando se encuentra en forma pulverizada. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio amorfo, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio en la suspensión se caracteriza por una densidad esquelética de entre 1,95 y 2,50 gramos por centímetro cúbico aproximadamente. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio amorfo, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio en la suspensión tiene una relación molar de fósforo a aluminio de aproximadamente 0,5 a 1,75, 0,65 a 1,75, 0,5 a 1,5 o 0,8 a 1,3. En una realización, el fosfato de aluminio amorfo, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio en la suspensión tiene una relación molar de fósforo a aluminio de aproximadamente 0,5 a 1,5 o 0,8 a 1,3. En forma pulverizada, el fosfato de aluminio amorfo, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio pueden comprender un tamaño medio de radio de partícula individual de entre 5 y 80 nanómetros aproximadamente. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio amorfo, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio pueden comprender un tamaño medio de radio de partícula individual de 10 a 80, 20 a 80, 30 a 80, 10 a 50, o 10 a 40 nanómetros aproximadamente, cuando está en forma pulverizada.

Sin estar ligado a ninguna teoría particular, se cree que los dispersantes en las composiciones de suspensión permiten alcanzar concentraciones más altas de compuestos no volátiles, por ejemplo, en ciertas realizaciones, más del 40 o 50 % en peso aproximadamente de compuestos no volátiles en base al peso total de la suspensión o en otras formas de realización más del 40 o 50 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio, o sus combinaciones, en base al peso total de la suspensión. En ciertos aspectos, las composiciones de suspensión que comprenden dispersantes existen en forma de líquidos viscosos con una viscosidad adecuada para las aplicaciones deseadas, por ejemplo, el uso de las composiciones de suspensión en pinturas. En ciertas realizaciones, las dispersiones de fosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio sin dispersantes, presentan una baja viscosidad a menores concentraciones de compuestos no volátiles, por ejemplo, del 35 % en peso aproximadamente de compuestos no volátiles o inferior en base al peso total de la suspensión. En otras formas de realización, las dispersiones de fosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio sin dispersantes, presentan una alta viscosidad a concentraciones de compuestos no volátiles superiores, por ejemplo, del 35 % en peso aproximadamente de compuestos no volátiles o superior en base al peso total de la suspensión. Dicha suspensión muy viscosa no es adecuada para su uso, por ejemplo, en aplicaciones de pintura y otras aplicaciones. En ciertas realizaciones, las suspensiones que comprenden concentraciones más bajas de compuestos no volátiles o concentraciones más bajas de fosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio y sus combinaciones, decantan produciendo de este modo un sedimento duro y empaquetado que no se dispersa fácilmente.

En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio amorfo, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio en la suspensión además comprende un ion, tal como sodio, litio, calcio, potasio, borato, amonio o una de sus combinaciones. En ciertas realizaciones, el ion se selecciona entre iones de sodio, potasio y litio. En una realización, el ion es un ion de sodio. En cierta realización, la suspensión comprende fosfato de sodio y aluminio, metafosfato de sodio y aluminio, ortofosfato de sodio y aluminio o polifosfato de sodio y aluminio o una de sus mezclas y un dispersante o una mezcla de dispersantes.

55 La suspensión que comprende fosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio o una de sus mezclas se puede usar como ingrediente en una pintura. En ciertas realizaciones, la suspensión se utiliza como sustituto (en parte o en su totalidad) del dióxido de titanio. La suspensión también se puede usar como ingrediente en un barniz, tinta de impresión, papel o plástico.

Descripción de los dibujos

Figura 1: Efectos del tipo de dispersante y la concentración sobre las viscosidades de una suspensión de fosfato de aluminio al 51 % a 100 s^{-1} . Las líneas discontinuas indican el intervalo de baja viscosidad sin sedimentación (900-1150 cPs).

Figura 2: Ilustra efectos del tipo de dispersante y la concentración sobre las viscosidades de una suspensión de fosfato de aluminio al 51 % a 100 s^{-1} después de 3 semanas a temperatura ambiente ($24 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$).

10

Descripción de realizaciones de la invención

En la siguiente descripción, todos los números descritos en este documento son valores aproximados, sin importar si se utiliza la palabra "alrededor" o "aproximadamente" en relación con los mismos. Pueden variar en un 1 por ciento, 2 por ciento, 5 por ciento, o, a veces, del 10 al 20 por ciento. Siempre que se describa un intervalo numérico con un límite inferior, R^L , y un límite superior, R^U , específicamente se describe cualquier número que caiga dentro del intervalo. En particular, se describen específicamente los siguientes números dentro del intervalo: $R = R^L + k * (R^U - R^L)$, en la que k es una variable que oscila entre el 1 por ciento y el 100 por ciento con un incremento del 1 por ciento, es decir, k es el 1 por ciento, 2 por ciento, 3 por ciento, 4 por ciento, 5 por ciento, ..., 50 por ciento, 51 por ciento, 52 por ciento, ..., 95 por ciento, 96 por ciento, 97 por ciento, 98 por ciento, 99 por ciento, o 100 por ciento. Además, específicamente también se describe cualquier intervalo numérico definido por dos números R como se define más arriba.

En este documento se incluye una composición de fosfato de aluminio en forma de suspensión que comprende fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio, metafosfato de aluminio o polifosfato de aluminio, o una de sus mezclas y un dispersante. El término "fosfato de aluminio", como se usa en el presente documento, se entiende que incluye fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio, metafosfato de aluminio o polifosfato de aluminio, y sus mezclas.

El término "suspensión", como se usa en este documento, se refiere a una suspensión o dispersión homogénea que comprende partículas no volátiles, incluyendo fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio, metafosfato de aluminio o polifosfato de aluminio, y/o sus mezclas en un disolvente. En ciertas realizaciones, el disolvente comprende o es agua. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende más del 30, 40, 50, 60 o 70 % en peso de partículas no volátiles, incluyendo fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio, metafosfato de aluminio o polifosfato de aluminio y/o sus mezclas en base al peso total de la suspensión. En algunas formas de realización, las partículas suspendidas o dispersas en un disolvente (tal como agua) forman una solución coloidal, que es estable durante un período de tiempo relativamente largo. Una solución coloidal es un coloide que tiene una fase líquida continua en la que un sólido se suspende en un líquido.

El término "hueco" mencionado en el presente documento generalmente es sinónimo del término "partícula hueca", y también se describe en este documento como un "vacío cerrado." El hueco (o partícula cerrada vacía o hueca) es parte de una estructura de núcleo y recubrimiento de la mezcla de fosfato de aluminio. Los huecos se pueden observar y/o caracterizar con ayuda de microscopios de transmisión o microscopios electrónicos de barrido ("TEM" o "SEM"). El uso de TEM o SEM es muy conocido por los expertos en la materia. En general, la microscopía óptica está limitada, debido a la longitud de onda de la luz, a resoluciones del orden de un centenar y, por lo general, de cientos de nanómetros. La TEM y SEM no tienen esta limitación y son capaces de alcanzar una resolución considerablemente más alta, del orden de unos pocos nanómetros. Un microscopio óptico utiliza lentes ópticas para enfocar las ondas de luz desviándolas, mientras que un microscopio electrónico utiliza lentes electromagnéticas para enfocar los haces de electrones desviándolos. Los haces de electrones proporcionan grandes ventajas con respecto a los haces de luz tanto en el control de los niveles de aumento como en la claridad de la imagen que pueden producir. Los microscopios electrónicos de barrido complementan a los microscopios electrónicos de transmisión ya que proporcionan una herramienta para obtener la imagen tridimensional de la superficie de una muestra.

Los sólidos amorfos (es decir, no cristalinos) presentan diferencias respecto a sus homólogos cristalinos con una composición similar, y dichas diferencias pueden producir propiedades beneficiosas. Por ejemplo, dichas diferencias pueden incluir una o más de las siguientes: (i) los sólidos no cristalinos no difractan los rayos x en ángulos muy definidos, pero en su lugar pueden producir un halo de dispersión amplio; (ii) los sólidos no cristalinos no tienen una estequiometría bien definida, por lo que pueden cubrir un amplio espectro de composiciones químicas; (iii) la variabilidad de la composición química incluye la posibilidad de incorporación de los componentes iónicos distintos de los iones de aluminio y fosfato; (iv) puesto que los sólidos amorfos son termodinámicamente metaestables,

pueden mostrar una tendencia a sufrir cambios morfológicos, químicos y estructurales espontáneos; y (v) la composición química de la superficie de la partícula cristalina es muy uniforme, mientras que la composición química de la superficie de las partículas amorfas pueden mostrar grandes o pequeñas diferencias, bruscas o graduales. Además, mientras que las partículas de sólidos cristalinos tienden a crecer por el mecanismo bien conocido de maduración de Ostwald, las partículas no cristalinas pueden expandirse o hincharse y encogerse (deshincharse) por absorción y desorción de agua, formando un material tipo gel o plástico que se deforma fácilmente cuando se somete a fuerzas de cizallamiento, compresión o capilares.

Las partículas de fosfato de aluminio en la suspensión se caracterizan por uno o más huecos por partícula de fosfato de aluminio amorfo cuando está en forma pulverizada. En una realización, las partículas de fosfato de aluminio en la suspensión se caracterizan por uno a cuatro huecos por partícula de fosfato de aluminio amorfo cuando está en forma pulverizada.

En ciertas realizaciones, las partículas de fosfato de aluminio en la suspensión se caracterizan por una densidad esquelética de 1,73 a 2,40 g/cm³ aproximadamente. En una realización, la densidad esquelética es inferior a 2,40 g/cm³. En otra realización, la densidad esquelética es inferior a 2,30 g/cm³. En otra realización, la densidad esquelética es inferior a 2,10 g/cm³. En aún otra realización, la densidad esquelética es inferior a 1,99 g/cm³. En una realización, el fosfato de aluminio amorfo en la suspensión se caracteriza por una densidad esquelética de 1,95, 1,98, 2,00, o 2,25 gramos por centímetro cúbico aproximadamente.

En una realización, el fosfato de aluminio amorfo en la suspensión tiene una relación molar de fósforo a aluminio de 0,5 a 1,5 aproximadamente. En otra realización, el fosfato de aluminio amorfo en la suspensión tiene una relación molar de fósforo a aluminio de 0,8 a 1,3 aproximadamente. En ciertas realizaciones, la relación molar de fósforo a aluminio es de 0,5, 0,6, 0,7, 0,8, 0,9, 1,0, 1,1, 1,2, 1,3, 1,4 o 1,5 aproximadamente. En realizaciones adicionales, la relación molar de fósforo a aluminio es de 0,8, 0,9, 1,0, 1,1, 1,2 o 1,3 aproximadamente.

En forma pulverizada, el fosfato de aluminio amorfo puede comprender un tamaño medio de radio de partícula individual de entre 5 y 80 nanómetros aproximadamente. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio amorfo puede comprender un tamaño medio de radio de partícula individual de entre 5 y 40, 10 y 80, 10 y 40, 20 y 80 o 20 y 40 nanómetros aproximadamente.

En ciertas realizaciones, cuando el fosfato, polifosfato, ortofosfato y/o metafosfato de aluminio se encuentra en forma pulverizada, las muestras sometidas a un ensayo de calorimetría diferencial de barrido presentan dos picos endotérmicos distintos, picos que generalmente se producen entre 90 °C y 250 °C. En una realización, el primer pico se produce entre las temperaturas de 96 °C aproximadamente y 116 °C aproximadamente, y el segundo pico aparece entre las temperaturas de 149 °C y 189 °C aproximadamente. En otra realización, los dos picos se producen a 106 °C aproximadamente y 164 °C aproximadamente.

En ciertas realizaciones, las composiciones de suspensión proporcionadas en este documento comprenden del 40 % aproximadamente hasta el 70 % aproximadamente de compuestos no volátiles por peso medido de acuerdo con la norma ASTM D280. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende del 40 % en peso aproximadamente hasta el 60 % en peso aproximadamente de compuestos no volátiles en base al peso total. En una realización, la suspensión comprende del 50 % en peso aproximadamente hasta el 60 % en peso aproximadamente de compuestos no volátiles en base al peso total. En otras realizaciones, la suspensión comprende el 20, 30, 40, 45, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59 o 60 % en peso aproximadamente o superior de sólidos no volátiles en base al peso total. En otra realización, la suspensión comprende el 51, 53 o 58 % en peso aproximadamente de compuestos no volátiles en base al peso total.

En ciertas realizaciones, la suspensión comprende del 25 % en peso aproximadamente hasta el 70 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio en peso. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende del 40 % aproximadamente hasta el 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio en base al peso total. En una realización, la suspensión comprende del 50 % en peso aproximadamente hasta el 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio en base al peso total. En otra realización, la suspensión comprende el 20, 30, 40, 45, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59 o 60 % en peso o superior de fosfato de aluminio en base al peso total. En una realización, la suspensión comprende el 51, 53 o 58 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio en base al peso total.

En ciertas realizaciones, la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento tiene una viscosidad que oscila entre 300 cPs aproximadamente y 3500 cPs aproximadamente medida a velocidades de

- cizallamiento de 100-500 s⁻¹ (medida usando un reómetro Rheoterm 115, como se describe en el Ejemplo 3). En otras formas de realización, la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento tiene una viscosidad que oscila entre 550 cPs aproximadamente y 3000 cPs aproximadamente a una velocidad de cizallamiento de 100 s⁻¹. En una realización, la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento
- 5 tiene una viscosidad que oscila entre 900 cPs aproximadamente y 1150 cPs aproximadamente a una velocidad de cizallamiento de 100 s⁻¹. En otra realización, la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento tiene una viscosidad de 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 1200, 1400, 1600, 1800, 2000, 2200, 2400, 2600, 2800 o 3000 cPs aproximadamente medida a velocidades de cizallamiento de 100-500 s⁻¹.
- 10 El dispersante en la suspensión de fosfato de aluminio de acuerdo con la invención se selecciona entre dispersantes de fosfato, incluyendo fosfatos inorgánicos y orgánicos, o polímeros u oligómeros solubles conocidos por el experto en la materia y cualquiera de sus combinaciones; opcionalmente además se pueden incluir dispersantes de borato, dispersantes de silicato, dispersantes de aluminato, y cualquier tensioactivo aniónico o no iónico.
- 15 En ciertas formas de realización, el dispersante se selecciona entre pirofosfato tetrasódico (TSPP), trifosfato pentasódico, fosfato trisódico dodecahidratado, pirofosfato tetrapotásico (TKPP), trifosfato de sodio y potasio o una de sus combinaciones. En una realización, la concentración de dispersante en las composiciones de suspensión de fosfato de aluminio proporcionadas en este documento es inferior al 3,5 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En otra realización, la concentración de dispersante en las composiciones de
- 20 suspensión de fosfato de aluminio proporcionadas en este documento es inferior al 3, 2,5, 2, 1,5 o 1 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio e inferior al 3, 2,5, 2, 1,5 o 1 % en peso aproximadamente de dispersante en base al peso total de la suspensión.
- 25 En una realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende fosfato trisódico dodecahidratado en una concentración del 0,10 aproximadamente al 1,00 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende fosfato trisódico
- 30 dodecahidratado en una concentración del 0,20 aproximadamente al 0,75 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En aún otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende fosfato trisódico dodecahidratado en una concentración del 0,20 aproximadamente al 0,50 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En una realización adicional, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende fosfato trisódico dodecahidratado en una concentración del 0,20, 0,22, 0,24, 0,27, 0,30,
- 35 0,35, 0,40, 0,45, 0,50, 0,55, 0,60 o 0,75 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión.
- En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio e inferior
- 40 al 2 aproximadamente o inferior al 1 % en peso aproximadamente de fosfato trisódico dodecahidratado en base al peso total de la suspensión. En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y del 0,20 % en peso aproximadamente al 0,75 % en peso aproximadamente de fosfato trisódico dodecahidratado en base al peso total de la suspensión. En otra realización, la
- 45 composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51, 53 o 58 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 0,24 aproximadamente o el 0,50 % en peso aproximadamente de fosfato trisódico dodecahidratado en base al peso total de la suspensión. En una realización adicional, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 0,24 aproximadamente o el 0,50 % en
- 50 peso aproximadamente de fosfato trisódico dodecahidratado en base al peso total de la suspensión.
- En otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende pirofosfato tetrasódico en una concentración del 0,10 aproximadamente al 1,50 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En una realización, el dispersante en la composición de la
- 55 suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende pirofosfato tetrasódico en una concentración del 0,25 aproximadamente al 1,00 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende pirofosfato tetrasódico en una concentración del 0,25, 0,27, 0,30, 0,35, 0,45, 0,50, 0,75, 0,97 o 1,00 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión.

- En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio e inferior al 2 aproximadamente o inferior al 1 % en peso aproximadamente de pirofosfato tetrasódico (TSPP), en base al peso total de la suspensión. En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y del 0,2 % en peso aproximadamente al 1,00 % en peso aproximadamente de pirofosfato tetrasódico en base al peso total de la suspensión. En otra realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51, 53 o 58 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 0,25, 0,27, 0,50, 0,97 o 1,00 % en peso aproximadamente de pirofosfato tetrasódico en base al peso total de la suspensión. En aún otra realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 0,25, 0,50 o 1,00 % en peso aproximadamente de pirofosfato tetrasódico en base al peso total de la suspensión.
- 15 En una realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende trifosfato pentasódico en una concentración del 0,10 aproximadamente al 3,00 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende trifosfato pentasódico en una concentración del 0,10 aproximadamente al 1,60 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En aún otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende trifosfato pentasódico en una concentración del 0,25 aproximadamente al 1,00 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En una realización adicional, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende trifosfato pentasódico en una concentración del 0,25, 0,30, 0,50, 0,53, 0,75, 0,99, 1,00 o 1,50 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión.

En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio e inferior al 2 aproximadamente, inferior al 1,5 aproximadamente o inferior al 1 % en peso aproximadamente de trifosfato de pentasodio en base al peso total de la suspensión líquida. En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y del 0,10 % en peso aproximadamente al 1,50 % en peso aproximadamente de trifosfato pentasódico en base al peso total de la suspensión. En otra realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51, 53 o 58 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 0,50 % en peso aproximadamente de trifosfato pentasódico en base al peso total de la suspensión. En aún otra realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 0,50 % en peso aproximadamente de trifosfato pentasódico en base al peso total de la suspensión.

En una realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende pirofosfato tetrapotásico (TKPP) en una concentración del 0,10 aproximadamente al 2,00 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende pirofosfato tetrapotásico en una concentración del 0,10 aproximadamente al 1,75 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En aún otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende pirofosfato tetrapotásico en una concentración del 0,25 aproximadamente al 1,55 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En una realización adicional, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende pirofosfato tetrapotásico en una concentración del 0,25, 0,30, 0,50, 0,51, 0,75, 0,99, 1,00, 1,50 o 1,54 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión.

En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio e inferior al 2 aproximadamente o inferior al 1 % en peso aproximadamente de pirofosfato tetrapotásico en base al peso total de la suspensión. En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y del 0,50 % en peso aproximadamente al 1 % en peso aproximadamente de pirofosfato tetrapotásico en base al peso total de la suspensión. En otra realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio

proporcionada en el presente documento comprende el 51, 53 o 58 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 1 % en peso aproximadamente de pirofosfato tetrapotásico en base al peso total de la suspensión. En una realización adicional, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 1 % en peso

5 aproximadamente de pirofosfato tetrapotásico en base al peso total de la suspensión.

En una realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende trifosfato de sodio y potasio en una concentración del 0,10 aproximadamente al 3,50 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En otra realización, el dispersante en la composición

10 de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende trifosfato de sodio y potasio en una concentración del 0,10 aproximadamente al 3,10 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En aún otra realización, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende trifosfato de sodio y potasio en una concentración del 0,25 aproximadamente al 1,55 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. En una realización

15 adicional, el dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende trifosfato de sodio y potasio en una concentración del 0,10, 0,24, 0,25, 0,30, 0,50, 0,52, 0,75, 0,99, 1,00 o 1,50 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión.

En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento

20 comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio e inferior al 2 aproximadamente o inferior al 1 % en peso aproximadamente de trifosfato de sodio y potasio en base al peso total de la suspensión. En una realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en este documento comprende del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 1 % en peso aproximadamente de trifosfato de sodio y potasio en base al peso total de la suspensión.

25 En otra realización, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51, 53 o 58 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 1 % en peso aproximadamente de trifosfato de sodio y potasio en base al peso total de la suspensión. En una realización adicional, la composición de la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento comprende el 51 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 1 % en peso aproximadamente de trifosfato de sodio y potasio en base

30 al peso total de la suspensión.

El documento WO 2008/017135 describe una composición de suspensión con polifosfato sódico (hexametrafosfato de sodio) como dispersante. El dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio del documento WO 2008/017135 análogamente a la presente invención puede comprender hexametrafosfato de sodio

35 en una concentración del 0,10 aproximadamente al 3,50 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. El dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio del documento WO 2008/017135 análogamente a la presente invención puede comprender hexametrafosfato de sodio en una concentración del 0,10 aproximadamente al 0,10 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. El dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio del documento WO

40 2008/017135 análogamente a la presente invención puede comprender hexametrafosfato de sodio en una concentración del 0,25 aproximadamente al 1,55 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión. El dispersante en la composición de la suspensión de fosfato de aluminio de WO 2008/017135 análogamente a la presente invención puede comprender hexametrafosfato de sodio en una concentración del 0,10, 0,25, 0,29, 0,50, 0,75, 0,99, 1,00 o 1,50 % en peso aproximadamente en base al peso total de la suspensión.

45 La composición de la suspensión de fosfato de aluminio del documento WO 2008/017135 análogamente a la presente invención puede comprender del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio e inferior al 2 aproximadamente o inferior al 1 % en peso aproximadamente de hexametrafosfato de sodio en base al peso total de la suspensión. La composición de la suspensión de fosfato de aluminio del documento WO 2008/017135 análogamente a la presente invención puede comprender del 50 % en peso aproximadamente al 60 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y del 0,25 % en peso aproximadamente al 1 % en peso aproximadamente de hexametrafosfato de sodio en base al peso total de la suspensión. La composición de la suspensión de fosfato de aluminio del documento WO 2008/017135 análogamente a la presente invención puede comprender el 51, 53 o 58 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 0,25

50 aproximadamente o el 1 % en peso aproximadamente de hexametrafosfato de sodio en base al peso total de la suspensión. La composición de la suspensión de fosfato de aluminio del documento WO 2008/017135 análogamente a la presente invención puede comprender el 51 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio y el 0,25 aproximadamente o el 1 % en peso aproximadamente de hexametrafosfato de sodio en base al peso total de la suspensión.

En las Tablas 1a-1e se resumen dispersantes ejemplares adicionales, en las que 1a y 1b muestran los dispersantes de la invención, y además pueden comprender los dispersantes que se muestran en 1c-1e.

5 Tabla 1a: Dispersantes de fosfato

| Nombre del grupo | Fórmula General | Ejemplos |
|-----------------------------------|---|---|
| Monofosfato u ortofosfato | $\text{PO}_4^{3-} \cdot a \text{H}_2\text{O}$ $a = 0-12$ | Na_3PO_4 , fosfato trisódico $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$, dihidrógenofosfato de calcio |
| Polifosfatos (Forma de cadena) | $\text{PnO}_{3n+1}^{(n+2)-}$ | $\text{NaH}_3\text{P}_2\text{O}_7$, trihidrógeno pirofosfato de sodio (pirofosfato monosódico) $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$, dihidrógeno pirofosfato disódico (pirofosfato ácido de sodio) $\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7$, hidrógeno pirofosfato trisódico (Pirofosfato trisódico) $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, pirofosfato tetrasódico (TSPP) $\text{KH}_3\text{P}_2\text{O}_7$, trihidrógeno pirofosfato de potasio $\text{K}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$, dihidrógeno pirofosfato dipotásico (pirofosfato ácido de potasio) $\text{K}_3\text{HP}_2\text{O}_7$, hidrógeno pirofosfato tripotásico $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$, pirofosfato tetrapotásico $\text{CaH}_2\text{P}_2\text{O}_7$, dihidrógeno pirofosfato de calcio $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, tripolifosfato sódico (STP) $\text{Na}_x\text{K}_y\text{P}_3\text{O}_{10}$, ($x = 1-4$, $y = 5-x$) tripolifosfato de sodio y potasio $\text{K}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, tripolifosfatos de potasio (KTP) $\text{Ca}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, trifosfato de calcio $(\text{LiPO}_3)_n$ polifosfato de litio $(\text{NaPO}_3)_x$ polifosfato sódico $[\text{Na}_2\text{H}(\text{PO}_3)_3]_n$ hidrógeno polifosfatos disódicos $(\text{KPO}_3)_n$, polifosfatos de potasio $(\text{NH}_4\text{PO})_n$ o $(\text{NH}_4)_{n+2}\text{PnO}_{3n+1}$ polifosfato de amonio $[\text{Ca}(\text{PO}_3)_2]_n$, polifosfato de calcio $[\text{CuK}_2(\text{PO}_3)_2]_n$, polifosfato de cobre y potasio $[\text{CuNH}_4(\text{PO}_3)_2]_n$, polifosfato de cobre y amonio $[\text{Al}(\text{PO}_3)_3]_n$ polifosfato de aluminio $(\text{RbPO}_3)_n$ polifosfato de rubidio $(\text{CsPO}_3)_n$ polifosfato de cesio |
| Reticulados o ultrafosfatos | $\text{PnO}_{3-1}^{(n-2)-}$ | $\text{CaP}_4\text{O}_{10}$ $\text{Ca}_2\text{P}_6\text{O}_{17}$ |
| Metafosfatos | $(\text{PO}_3^-)_n$ | $\text{Na}_3(\text{PO}_3)_3$, trimetafosfato de sodio $\text{Na}_6(\text{PO}_3)_6$, hexametafosfato de sodio |

En la que n = 2, 3, 4...

Tabla 1b: Fosfatos orgánicos

| Nombre del grupo | Formula general | Ejemplos |
|-------------------|--|--|
| Glicerol fosfatos | $C_3H_7O_6P^2-M^+$ M^+ = catión metálico | Glicerol 1-fosfatos Glicerol 2-fosfato |
| Ésteresfosfato | $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{RO}-\text{P}-\text{OX} \\ \parallel \\ \text{O} \\ \parallel \\ \text{RO}-\text{P}-\text{OR} \\ \parallel \\ \text{OX} \\ \parallel \\ \text{RO}-\text{P}-\text{OX} \\ \parallel \\ \text{OX} \end{array}$ <p>R = cadena alquilo, no sustituida o sustituida con uno o más grupos seleccionados entre OH, halo y amino. X = catión metálico o H</p> | <p>Ésterfosfato de triestirilfenol POE 16, ácido libre Ésterfosfato de triestirilfenol POE 16, Sal de K Ésterfosfato de C8-10, Ácido Ésterfosfato de 2-etil hexanol, Ácido Ésterfosfato de 2-etil hexanol POE 2, Sal de K Ésterfosfato de nonilfenol POE 4, Ácido Ésterfosfato de nonilfenol POE 6, Ácido Ésterfosfato de nonilfenol POE 6, Sal de K Ésterfosfato de nonilfenol POE 9, Ácido Ésterfosfato de nonilfenol POE 10, Ácido Ésterfosfato de dinonilfenol POE 8, Ácido Ésterfosfato de alcohol isodecílico POE 6, Ácido Ésterfosfato de alcohol isodecílico POE 6, Sal de K Ésterfosfato de alcohol tridecilo POE 6, Ácido Ésterfosfato de C12, Sal de K Ésterfosfato de C12-15, Ácido Ésterfosfato de C12-15 POE 5, Ácido Ésterfosfato de C12-15 POE 5, Sal de K Ésterfosfato de C12-18 POE 3, Ácido Ésterfosfato de C12-14 POE 6, Ácido Ésterfosfato de C12-18 POE 9, Sal de Na Ésterfosfato de C16-18 POE 5, Ácido Ésterfosfato [Cadena Alcohol Carbonada] - [moles de OE] [Sal]</p> |

Tabla 1c: Dispersantes silicato

5

| Tipo de silicato | Estructuras de la unidad | Ejemplos |
|------------------|--------------------------|---------------|
| Ortosilicato | SiO_4^{4-} | Na_4SiO_4 |
| Metasilicato | SiO_3^{2-} | Na_2SiO_3 |
| Disilicato | $Si_2O_5^{2-}$ | $Na_2Si_2O_5$ |
| Tetrasilicato | $Si_4O_9^{2-}$ | $Na_2Si_4O_9$ |

Tabla 1d: Dispersantes borato

| Nombre del grupo | Fórmula | Ejemplos |
|------------------|--|--|
| Boratos | $M_2O \cdot nB_2O_3 \cdot aH_2O$ M = catión metálico, n = 1-5 y a = 0-10 | $Na_2O \cdot 2 B_2O_3 \cdot 10 H_2O$, tetraborato disódico decahidratado $Na_2O \cdot 4 B_2O_3 \cdot 4 H_2O$, octaborato disódico tetrahidrato $Na_2O \cdot 5 B_2O_3 \cdot 10 H_2O$, pentaborato de sodio pentahidratado $Li_2O \cdot 2 B_2O_3 \cdot 4 H_2O$ $Li_2O \cdot B_2O_3 \cdot 4 H_2O$ $Na_2O \cdot 5 B_2O_3 \cdot 10 H_2O$ $Na_2O \cdot 2 B_2O_3 \cdot 10 H_2O$ $Na_2O \cdot B_2O_3 \cdot 4 H_2O$ $K_2O \cdot 5 B_2O_3 \cdot 8 H_2O$ $K_2O \cdot 2 B_2O_3 \cdot 4 H_2O$ $K_2O \cdot B_2O_3 \cdot 2,5 H_2O$ $Rb_2O \cdot 5 B_2O_3 \cdot 8 H_2O$ $Cs_2O \cdot 5 B_2O_3 \cdot 8 H_2O$ $Cs_2O \cdot B_2O_3 \cdot 7 H_2O$ $(NH_4)_2O \cdot 2 B_2O_3 \cdot 4 H_2O$ $(NH_4)_2O \cdot 5 B_2O_3 \cdot 8 H_2O$ |

Tabla 1e: Dispersantes aluminato

5

| Nombre del grupo | Ejemplos |
|------------------|--|
| Aluminatos | $NaAlO_2$, $Na_2O \cdot Al_2O_3$ o $Na_2Al_2O_4$ $BaO \cdot 6 Al_2O_3$ $BaO \cdot Al_2O_3$ $3 BaO \cdot Al_2O_3$ |

Procesos para preparar partículas de fosfato de aluminio amorfo

Las partículas de fosfato de aluminio amorfo utilizadas en la suspensión se pueden preparar por cualquier método conocido por el experto en la materia. Los métodos ejemplares se describen en este documento y en las publicaciones de patente de Estados Unidos n.º 2006/0211798 y 2006/0045831, y la solicitud de Estados Unidos n.º 11/891.510.

En una realización, el proceso de fabricación de partículas huecas de fosfato de aluminio, polifosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio (o sus combinaciones) usadas en las formulaciones de suspensión comprende las siguientes etapas generales. El experto en la materia reconocerá que ciertas etapas se pueden alterar u omitir por completo. Las etapas incluyen: preparación de los principales reactivos utilizados en el proceso, tales como una solución diluida de ácido fosfórico, una solución diluida de sulfato de aluminio, y una solución diluida de carbonato sódico, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o hidróxido de amonio; la adición simultánea y controlada de los reactivos en un reactor equipado con un sistema de chapoteo para mantener la homogeneidad de la mezcla durante el proceso; el control de la temperatura y el pH (acidez) de la mezcla durante la adición de los reactivos en el reactor y, sobre todo, del tiempo de reacción; filtración de la suspensión, con aproximadamente el 8,0 % de sólidos y la separación de las fases sólidas y líquidas, en un equipo apropiado; el lavado de las impurezas presentes en la pasta del filtro con una solución acuosa ligeramente alcalina; la dispersión de la pasta lavada, que contiene el 20-30 % de los sólidos aproximadamente, en un dispersor adecuado; el secado de la pasta dispersa en un turbo secador; la micronización del producto seco a una granulometría media de 5,0 a 10 micrómetros; y la polimerización del producto seco por tratamiento térmico del fosfato de aluminio en un calcinador.

Hay varias maneras de preparar los reactivos principales en este proceso. Una fuente de fósforo para la fabricación de fosfato de aluminio es el ácido fosfórico de calidad fertilizante, de cualquier origen, a medida que se aclara y se descolora. Por ejemplo, un ácido fosfórico comercial que contiene el 54 % aproximadamente de P_2O_5 se puede tratar

químicamente y/o diluir con agua tratada dando una concentración del 20 % de P_2O_5 . Además, como alternativa a este proceso (en lugar de ácido fosfórico de calidad fertilizante o ácido fosfórico purificado), se pueden usar sales de fósforo como ortofosfatos, polifosfatos o metafosfatos.

5 Otro reactivo para el proceso es el sulfato de aluminio comercial. El sulfato de aluminio se puede obtener de la reacción entre la alúmina (óxido de aluminio hidratado) con ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4 al 98 %), y a continuación se aclara y se almacena a una concentración del 28 % de Al_2O_3 . Para que la reacción tenga una cinética favorable, el sulfato de aluminio se diluye con agua tratada en el 5,0 % de Al_2O_3 . Como alternativa a este proceso, la fuente de aluminio puede ser cualquier otra sal de aluminio, así como hidróxido de aluminio o aluminio en
10 forma metálica.

La neutralización de la reacción se lleva a cabo con una solución de hidróxido de sodio, que se puede obtener en el mercado en diferentes concentraciones. Se puede comprar y diluir una concentración del 50 % de NaOH. Por ejemplo, en la primera fase de la reacción, cuando los reactivos iniciales se están mezclando, se puede usar el
15 hidróxido de sodio a una concentración del 20 % de NaOH. En la segunda fase de la reacción, debido a la necesidad de un ajuste fino de la acidez del producto, se puede usar una solución de hidróxido de sodio con el 5,0 % de NaOH. Como neutralizador alternativo, se puede utilizar hidróxido de amonio o carbonato sódico (ceniza de sosa).

En un aspecto, una reacción química da como resultado la formación de ortofosfatos de hidroxialuminio, puros o
20 mixtos (por ejemplo, $Al(OH)_2(H_2PO_4)$ o $Al(OH)(HPO_4)$). La reacción, como se ha descrito, se lleva a cabo con la mezcla de los tres reactivos, es decir, una solución de ácido fosfórico, una solución de sulfato de aluminio, y una solución de hidróxido de sodio. Los reactivos se dosifican en un reactor, que normalmente contiene un sistema de chapoteo, durante un período de 30 minutos. Durante la adición de los reactivos en el reactor, el pH de la mezcla se controla dentro de un intervalo de 1,4 a 4,5 y a una temperatura de reacción entre 35 °C y 40 °C. La reacción se
25 completa después de 15 minutos de la mezcla de reactivos. En este período, el pH de la mezcla se puede ajustar de 3,0 a 5,0, con la adición de hidróxido de sodio más diluido. En esta realización, la temperatura preferentemente está por debajo de 40 °C aproximadamente. Al final de la reacción, la suspensión formada debe contener una relación molar entre los elementos de fósforo:aluminio en un intervalo de 1,1 a 1,5.

30 Después de la formación del ortofosfato de aluminio, la suspensión que contiene del 6,0 % al 10,0 % aproximadamente de sólidos, con una temperatura máxima aproximada de 45 °C, y una densidad en un intervalo de 1,15 a 1,25 g/cm^3 , se bombea a un filtro de prensa convencional. En el filtro de prensa, la fase líquida (a veces denominada "licor") se separa de la fase sólida (a veces denominada "pasta"). La pasta húmeda, que contiene del 18 % al 45 % de sólidos aproximadamente, y posiblemente aún contaminada con la solución de sulfato de sodio, se
35 mantiene en el filtro para el ciclo de lavado. El concentrado filtrado, que es básicamente una solución concentrada de sulfato de sodio, se extrae del filtro y se almacena para su uso en el futuro.

En una realización, el lavado de la pasta húmeda se realiza en el propio filtro y en tres etapas del proceso. En el primer lavado ("lavado por desplazamiento") se retira la mayor parte de la sustancia filtrada que está contaminando
40 la pasta. La etapa de lavado se realiza utilizando agua tratada sobre la pasta a un caudal de 6,0 m^3 de agua/tonelada de pasta seca. Se puede llevar a cabo una segunda etapa de lavado, también con agua tratada y con un caudal de 8,0 m^3 de agua/tonelada de pasta seca, para reducir aún más, cuando no eliminar, los contaminantes. Y, finalmente, se puede llevar a cabo una tercera etapa de lavado utilizando una solución ligeramente alcalina. Dicha tercera etapa de lavado se puede realizar para la neutralización de la pasta y para mantener su pH en el intervalo de
45 7,0. Por último, la pasta se puede someter a soplado con aire comprimido durante un cierto período de tiempo. En ciertas realizaciones, el producto húmedo comprende entre el 35 % y el 45 % de sólidos.

En un aspecto, la dispersión de la pasta se puede procesar de tal manera que la pasta del filtro, húmeda y lavada, y que contiene aproximadamente el 35 % de sólidos, se extraiga del filtro de prensa con una cinta transportadora y se
50 transfiera a un reactor/dispersor. La dispersión de la pasta se facilita con la adición de una solución diluida de pirofosfato tetrasódico.

Después de la etapa de dispersión, se seca el producto, cuando el "lodo" de fosfato de aluminio, con un porcentaje de sólidos dentro del intervalo del 18 % al 50 %, se bombea a la unidad de secado. En una realización, la extracción
55 de agua del material se puede llevar a cabo con un equipo de secado, tal como un tipo de "turbo secador" mediante la inyección de una corriente de aire caliente, a una temperatura de 135 °C a 140 °C, a través de la muestra. La humedad final del producto preferentemente se debe mantener en el intervalo del 10 % al 20 % de agua.

En la siguiente etapa, el ortofosfato de aluminio seco, en forma de $Al(H_2PO_4)_3$, se condensa mediante un tratamiento

térmico para formar un polifosfato de aluminio hueco, es decir $(Al_{(n+2)}_3(PnO_{(3n+1)}))$, en la que "n" puede ser cualquier número entero superior a 1, preferentemente, n es superior o igual a 4. En ciertas realizaciones, n es superior o igual a 10. En otras realizaciones, n es superior o igual a 20, inferior a 100 o inferior a 50. Esta etapa de proceso se puede llevar a cabo calentando el fosfato de aluminio en un secador por pulverización, en un intervalo de temperatura de 5 500 °C a 600 °C. Después de la polimerización, el producto se puede enfriar rápidamente y se envía a la unidad de micronización. En este punto, se puede llevar a cabo la etapa de micronización del producto. Finalmente, el producto resultante que sale del secador se transfiere a la unidad de trituración y acabado, se muele en un micronizador/clasificador, y su granulometría se mantiene en el intervalo del 99,5 % por debajo de malla 400.

10 En otro aspecto, las etapas en el proceso para la preparación del fosfato de aluminio utilizado en las composiciones de suspensión incluyen: la preparación de los principales reactivos utilizados en el proceso, tales como una solución de ácido fosfórico, hidróxido de aluminio hidratado sólido y una solución de aluminato de sodio; la adición de los reactivos en un reactor equipado con un sistema de chapoteo para mantener la homogeneidad de la mezcla durante el proceso; el control, durante la adición de los reactivos en el reactor, de la temperatura y el pH de la mezcla y el
15 tiempo de reacción; la filtración de la suspensión; el lavado de las impurezas presentes en la pasta del filtro; la dispersión de la pasta lavada en un dispersor adecuado; el secado de la pasta dispersa en un turbo secador o secador por pulverización; la micronización del producto seco a una granulometría media de 1,0 a 10 micrómetros; y la polimerización del producto seco por tratamiento térmico del fosfato de aluminio en un calcinador. En ciertas realizaciones, el proceso comprende una etapa de mezcla previa de las soluciones de ácido fosfórico y sulfato de aluminio antes de la adición al reactor. En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio de los pigmentos se pueden preparar y utilizar como una pasta en suspensión (dispersión de alto contenido de sólidos, que fluye bajo la acción de la gravedad o bombas de baja presión) con el 20-60 % en peso o superior de compuestos no volátiles; como fosfato de aluminio secado y micronizado con el 10-30 % aproximadamente, en ciertas realizaciones, con el 10, 12, 15, 17, 20, 25 o 30 % de humedad; y también en la forma polimérica como polifosfato de aluminio calcinado y
25 micronizado.

En una realización, el fosfato de aluminio amorfo se prepara mediante una reacción entre ácido fosfórico e hidróxido de aluminio. El proceso además puede comprender una etapa de neutralización. La etapa de neutralización se puede llevar a cabo con aluminato de sodio.

30 En ciertas realizaciones, el proceso para preparar un fosfato o polifosfato de aluminio amorfo comprende la reacción de ácido fosfórico, hidróxido de aluminio y aluminato de sodio.

En una realización, el proceso para preparar un fosfato o polifosfato de sodio amorfo comprende la reacción de
35 fosfato de aluminio y aluminato de sodio.

En una realización la reacción comprende dos etapas. En la primera etapa, el ácido fosfórico reacciona con hidróxido de aluminio para producir fosfato de aluminio a un pH ácido. En una realización, el fosfato de aluminio se produce como fosfato de aluminio soluble en agua. En ciertas realizaciones, el pH del fosfato de aluminio soluble en
40 agua es inferior a 3,5 aproximadamente. En ciertas realizaciones, el pH es de 3, 2,5, 2, 1,5 o 1 aproximadamente. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio se produce como dispersión sólido-líquido fina a un pH más alto. En una realización, el pH es de 3, 4, 5 o 6 aproximadamente.

En una segunda etapa, la solución o dispersión de fosfato de aluminio acuoso ácido de la primera etapa química se
45 hace reaccionar con un aluminato de sodio. En ciertas realizaciones, el aluminato de sodio se usa como solución acuosa a un pH superior a 10 aproximadamente. En una realización, el pH de la solución acuosa de aluminato de sodio es de 11, 12 o 13 aproximadamente. En una realización, el pH de la solución acuosa de aluminato de sodio es superior a 12 aproximadamente. El fosfato de sodio y aluminio se genera como precipitado sólido. En una realización, el fosfato de aluminio-sodio sólido tiene una relación molar P/Al = 0,85 y una relación molar Na/Al = 0,50.
50 En una realización, el fosfato de aluminio-sodio sólido tiene una relación molar P/Al = 1,0 y una relación molar Na/Al = 0,76. En ciertas realizaciones, por el mismo proceso se pueden obtener moléculas con otras relaciones de formulación.

En una realización, el hidróxido de aluminio hidratado sólido se añade al ácido fosfórico en la primera etapa química.
55 En otra realización, el hidróxido de aluminio hidratado sólido se añade a la solución de aluminato de sodio líquido purificado para formar una solución coloidal. En otra realización, el hidróxido de aluminio hidratado sólido se añade directamente como suspensión sólido-líquido o sólido en agua en la segunda etapa de reacción. En ciertas realizaciones, la reacción se lleva a cabo en una sola etapa.

En ciertas realizaciones, el reactor para llevar a cabo la segunda etapa de la reacción, es decir, la reacción de una solución o dispersión de fosfato de aluminio acuoso ácido de la primera etapa química con aluminato de sodio tiene un rendimiento de mezcla y una tensión de cizalladura muy altos para mezclar los reactivos y generar un precipitado sólido con la distribución del tamaño de partícula deseado. En ciertas realizaciones, las propiedades de dispersión del reactor se podrían ajustar para los requisitos del proceso de secado por pulverización. En una realización, el reactor es un CSTR (reactor continuo de tanque agitado).

La solución de aluminato de sodio para su uso en el proceso proporcionada en este documento se puede obtener por métodos conocidos por los expertos en la materia. En una realización, la solución de aluminato de sodio es un producto químico convencional resultante de la primera etapa de proceso de Bayer en la extracción de alúmina (Al_2O_3) a partir de mineral de bauxita, a menudo denominada "solución cargada de sodio purificado". Esta solución acuosa de aluminato de sodio líquido está saturada a temperatura ambiente y se estabiliza con hidróxido de sodio, NaOH. Las composiciones típicas son: aluminato de sodio, 58 a 65 % en masa (25 a 28 % de masa de Al_2O_3) e hidróxido de sodio, 3,5 a 5,5 % en masa (2,5 a 4 % en masa de libre de Na_2O). En ciertas formas de realización, tiene una relación molar Na/Al de 1,10 a 2,20 aproximadamente y bajo contenido de impurezas (dependiendo del origen de la bauxita: Fe = 40 ppm, metales pesados = 20 ppm, y una pequeña cantidad de aniones, Cl^- y SO_4^{2-}). En ciertas realizaciones, la solución de agua de aluminato de sodio tiene una relación molar Na/Al de 1,10, 1,15, 1,20, 1,25, 1,30, 1,35, 1,40, 1,45, 1,50, 1,55, 1,60, 1,65, 1,70, 1,75, 1,80, 1,85, 1,90, 1,95, 2,0, 2,05, 2,10, 2,15 o 2,2 aproximadamente. El color de la solución, en ciertas realizaciones, es ámbar. En ciertas realizaciones, la viscosidad de la solución es de 100 cPs aproximadamente. En ciertos aspectos, la solución de aluminato de sodio se purifica por filtración por pulido. En ciertas realizaciones, la solución de aluminato de sodio se regenera a partir de hidróxido de aluminio e hidróxido de sodio sólido.

El hidróxido de aluminio hidratado sólido se obtiene por métodos conocidos por el experto en la materia. En una realización, el hidróxido de aluminio es un producto químico industrial producido por el proceso Bayer. El hidróxido de aluminio hidratado sólido se puede obtener a partir de la "solución cargada de aluminato de sodio purificado" por precipitación, que se realiza por enfriamiento de la solución. En una realización, el aluminato de sodio producido de este modo tiene un bajo nivel de impurezas y una cantidad variable de humedad (70 ppm de cationes aproximadamente, 0,85 % en masa de cloratos aproximadamente y 0,60 % en masa de sulfatos aproximadamente) (estas impurezas que se determinan con el nivel de purificación de la "solución cargada de aluminato de sodio purificado") y el agua total, de hidratación y humedad, del 22,0 al 23,5 % de la masa total aproximadamente. En un aspecto, ambas materias primas son productos primarios industriales convencionales, de la primera y segunda etapa de la transformación de bauxita, (productos básicos) producidos en grandes cantidades por los procesadores de bauxita.

En una realización, la reacción química da lugar a la formación de fosfato de sodio y aluminio ($\text{Al}(\text{OH})_{0,7}\text{Na}_{0,7}(\text{PO}_4) \cdot 1,7 \text{H}_2\text{O}$). Después de la formación de fosfato de sodio y aluminio, la suspensión que contiene del 6,0 % al 10,0 % de sólidos aproximadamente, con una temperatura máxima aproximada de 45 °C, y una densidad en el intervalo de 1,15 a 1,25 g/cm^3 , se bombea a un filtro de prensa convencional. En una realización, la suspensión contiene el 5-30 %, 10-30 % o 15-25 % de sólidos aproximadamente. En una realización, la suspensión contiene el 15-25 % de sólidos aproximadamente. En una realización, la densidad de la suspensión se encuentra en el intervalo de 1 a 1,3 o de 1,10 a 1,20 g/cm^3 . En el filtro de prensa, la fase líquida (a veces denominada "licor") se separa de la fase sólida (a veces denominada "pasta"). La pasta húmeda, que contiene del 35 % al 45 % de sólidos aproximadamente, en cierta realización, el 35, 40 o 45 % de sólidos aproximadamente, se mantiene en el filtro para el ciclo de lavado.

En una realización, el lavado de la pasta húmeda se realiza en el propio filtro y en dos o tres etapas del proceso. En el primer lavado ("lavado por desplazamiento") se retira la mayor parte de la sustancia filtrada que está contaminando la pasta. La etapa de lavado se realiza utilizando agua tratada sobre la pasta a un caudal de 6,0 m^3 de agua/tonelada de pasta seca. Se puede llevar a cabo una segunda etapa de lavado, también con agua tratada y con un caudal de 8,0 m^3 de agua/tonelada de pasta seca, para reducir los contaminantes. Y, finalmente, se puede llevar a cabo una tercera etapa de lavado con agua para reducir aún más los contaminantes. Por último, la pasta se puede someter a soplado con aire comprimido durante un cierto período de tiempo. El producto húmedo debe presentar entre el 35 % y el 45 % de sólidos.

A continuación, en esta realización particular, la dispersión de la pasta se puede procesar de tal manera que la pasta del filtro, húmeda y lavada, se extraiga del filtro de prensa con una cinta transportadora y se transfiera a un reactor/dispersor.

En ciertas realizaciones, la dispersión de la pasta se facilita con la adición de un agente dispersante, tal como una

solución de polifosfato sódico.

En una realización, después de la etapa de dispersión, el producto se seca, cuando la "suspensión" de fosfato de aluminio, con un porcentaje de sólidos dentro del intervalo del 30 % al 50 %, se bombea a la unidad de secado. En otra realización, la extracción de agua a partir del material se puede llevar a cabo con un equipo de secado, tal como un "turbo secador" mediante la inyección de una corriente de aire caliente, o un "secador por pulverización" a una temperatura de 80 °C a 350 °C, a través de la muestra. La humedad final del producto se puede mantener en el intervalo del 10 % al 20 % de agua.

10 En ciertas realizaciones, la siguiente etapa de proceso incluye la calcinación del producto. En esta etapa, los iones ortofosfato del fosfato de aluminio seco se someten a condensación a iones polifosfato (difosfato, trifosfato, tetrafosfato, n-fosfato, donde "n" puede ser cualquier número entero superior a 1, en ciertas realizaciones, n es superior o igual a 4). En una realización, n es superior o igual a 10. En otra realización, n es superior o igual a 20. En una realización, n es inferior a 100. En otra realización, n es inferior a 50. Esta etapa de proceso se lleva a cabo calentando el fosfato de aluminio, en un calcinador, en un intervalo de temperatura de 500 °C a 600 °C. Después de la polimerización, el producto se puede enfriar rápidamente y se envía a la unidad de micronización. En este punto, se puede llevar a cabo la etapa de micronización del producto.

Finalmente, el producto resultante que sale del calcinador se transfiere a la unidad de trituración y acabado, se muele en un micronizador/clasificador, y su granulometría se mantiene en el intervalo del 99,5 % por debajo de malla 400.

En ciertas realizaciones, la micronización del producto seco se lleva a cabo a una granulometría media de 5,0 a 10 micrómetros o entre 0,1 aproximadamente y 5 micrómetros aproximadamente.

25 Procesos para la preparación de composiciones de suspensión de fosfato de aluminio

Las composiciones de suspensión de fosfato de aluminio que comprenden fosfato de aluminio amorfo y uno o más dispersantes se pueden preparar por cualquiera de los métodos conocidos por el experto en la materia. En una realización, la composición de suspensión comprende del 40 aproximadamente al 70 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio por el peso total de la composición y se prepara mezclando i) una suspensión madre que comprende el 30 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio; ii) polvo de fosfato de aluminio, por ejemplo, obtenido por el proceso descrito anteriormente; y iii) un dispersante.

35 En una realización, la suspensión madre comprende el 30-40 % en peso aproximadamente de fosfato de aluminio amorfo. La suspensión madre se puede preparar, por ejemplo, como se describe en los procesos anteriores.

En ciertas realizaciones, las composiciones de suspensión que comprenden fosfato de aluminio y uno o más dispersantes se prepara mezclando i) un polvo de fosfato de aluminio amorfo, ii) un dispersante o una mezcla de dispersantes y iii) un disolvente. En ciertas realizaciones, el disolvente es agua. El polvo de fosfato de aluminio amorfo se puede preparar, por ejemplo, por los procesos descritos anteriormente. La mezcla en suspensión se agita durante 10-25 minutos utilizando un dispersor adecuado, por ejemplo, un dispersor de Cowles, con una velocidad de agitación adecuada, por ejemplo una velocidad de agitación de 730 ± 130 rpm para obtener una dispersión homogénea. En el Ejemplo 3 se describen composiciones de suspensión a modo de ejemplo.

45 Aplicaciones de composiciones de suspensión de fosfato de aluminio

Las partículas de fosfato de aluminio en las composiciones de suspensión descritas en este documento demuestran propiedades mejoradas en ciertos aspectos. Por ejemplo, las partículas de fosfato de aluminio presentan huecos, cuando las partículas se secan, por ejemplo, a temperatura ambiente, o hasta 130 °C. En una realización, las partículas presentan huecos cuando se secan entre 40 °C y 130 °C. En otra realización, las partículas presentan huecos cuando se secan entre 60 °C y 130 °C. En ciertas realizaciones, las partículas presentan huecos cuando se secan entre 80 °C y 120 °C. Además, las partículas de fosfato de aluminio tienen una estructura de núcleo y recubrimiento. En otras palabras, estas partículas tienen recubrimientos químicamente diferentes de sus núcleos. Esta propiedad se pone de manifiesto por varias observaciones diferentes. En primer lugar, las imágenes de electrones inelásticos filtrada por energía de las partículas en la región de plasmón (10-40 eV), tal como se mide mediante un microscopio electrónico de transmisión, muestran líneas brillantes que rodean a la mayoría de las partículas. Las mediciones de nanoindentación realizadas en un microscopio de fuerza de impulsos digitales (DPFM) muestran que las superficies de las partículas son más rígidas que el interior de la partícula.

Cuando una dispersión de estas partículas se seca al aire a temperatura ambiente o hasta 120 °C, se forman partículas de tamaño nanométrico que tienen una estructura de núcleo y recubrimiento. Las partículas de tamaño nanométrico muestran una coalescencia parcial en agregados de tamaño micrométrico con formas irregulares.

5 Dichas partículas se pueden observar por microscopía electrónica analítica. Por otra parte, estas partículas contienen muchos huecos dispersos como poros cerrados en su interior. Los núcleos de las partículas son más plásticos que los respectivos recubrimientos de las partículas. Este fenómeno se pone de manifiesto con el crecimiento de los huecos por calentamiento, mientras que el perímetro de los recubrimientos permanece esencialmente inalterado.

10

Las composiciones de fosfato de aluminio descritas en este documento se pueden usar como sustituto del dióxido de titanio (es decir, TiO_2). El dióxido de titanio es el pigmento blanco convencional utilizado actualmente por casi todos los fabricantes involucrados en la formulación de pinturas de látex. Las mediciones ópticas tomadas de películas pintadas usando una pintura que contiene una carga habitual de dióxido de titanio y una pintura en la que el cincuenta por ciento de la carga de dióxido de titanio se reemplazó por fosfato de aluminio amorfo demuestra que el fosfato de aluminio puede reemplazar al dióxido de titanio produciendo películas al mismo tiempo que preservan las propiedades ópticas de la película.

15

El fosfato de aluminio utilizado en las composiciones descritas en el presente documento tiene un tamaño de partícula relativamente pequeño. Dichos tamaños de partícula más pequeños permiten que las partículas se distribuyan ampliamente en la película y se asocien íntimamente con la resina, con cargas inorgánicas y consigo mismas, creando de este modo grupos que son sitios para la formación extensa de huecos cuando la pintura se seca. En algunas realizaciones, las partículas de fosfato o polifosfato de aluminio están esencialmente libres de poros abiertos, al tiempo que contienen una serie de poros cerrados. Como resultado, en dichas realizaciones, el volumen de macroporos es esencialmente inferior a 0,1 cc/gramo.

20

25

La opacificación de las películas de pintura de base acuosa utilizando fosfato de aluminio en algunas realizaciones supone características únicas. La película de revestimiento húmeda es una dispersión viscosa de polímero, fosfato de aluminio, dióxido de titanio y partículas de relleno. Cuando esta dispersión se moldea como película y se seca, se comporta de forma diferente a una pintura convencional (por debajo de la concentración volumétrica crítica del pigmento, CPVC). En una pintura convencional, la resina de baja temperatura de transición vítrea (T_g) es plástica a temperatura ambiente y se fusiona, de modo que la película de resina llena los poros y huecos. Sin embargo, una pintura formulada con fosfato de aluminio puede exhibir un comportamiento diferente. Se forman poros cerrados, como se describe en el presente documento, y contribuyen al poder de cubrición de la película.

30

35

Se pueden formular varias pinturas usando las composiciones de fosfato de aluminio descritas en diversas realizaciones en el presente documento, solas o en combinación con otro pigmento, como el dióxido de titanio. Una pintura comprende uno o más pigmentos y uno o más polímeros como aglutinante (a veces denominado "polímero aglutinante"), y opcionalmente diversos aditivos. Hay pinturas de base acuosa y pinturas de base no acuosa. Generalmente, una composición de pintura de base acuosa se compone de cuatro componentes básicos: aglutinante, vehículo acuoso, pigmento(s) y aditivo(s). El aglutinante es un material resinoso no volátil que se dispersa en el vehículo acuoso para formar un látex. Cuando el vehículo acuoso se evapora, el aglutinante forma una película de pintura que une las partículas de pigmento y otros componentes no volátiles de la composición de pintura de base acuosa. Las composiciones de pintura de base acuosa se pueden formular de acuerdo con los métodos y componentes descritos en la patente de Estados Unidos n.º 6.646.058, con o sin modificaciones. Se pueden utilizar las composiciones de fosfato de aluminio descritas en diversas formas de realización de este documento para formular pinturas de base acuosa, solas o en combinación con dióxido de titanio.

40

45

Una pintura común es una pintura de látex que comprende un polímero aglutinante, un pigmento de cubrición, y, opcionalmente, un espesante y otros aditivos. Una vez más, las composiciones de fosfato de aluminio descritas en diversas formas de realización de este documento se pueden utilizar para formular pinturas de látex como pigmento, solas o en combinación con dióxido de titanio. Otros componentes para la fabricación de una pintura de látex se describen en las patentes de Estados Unidos n.º 6.881.782 y n.º 4.782.109. A modo de ilustración, a continuación se explican brevemente los componentes y métodos adecuados para la fabricación de pinturas de látex.

50

55

En algunas formas de realización, los polímeros aglutinantes adecuados incluyen monómeros etilénicamente insaturados copolimerizados por emulsión que incluyen del 0,8 % al 6 % de acrilato o metacrilato de ácido graso tales como metacrilato de laurilo y/o metacrilato de estearilo. En base al peso de los monómeros etilénicos copolimerizados, el aglutinante polimérico comprende del 0,8 % al 6 % de metacrilato o acrilato de ácido graso

donde las composiciones preferidas contienen del 1 % al 5 % de acrilato o metacrilato de ácido graso copolimerizado que tiene una cadena de ácido graso alifático que comprende entre 10 y 22 átomos de carbono. En una realización, las composiciones de copolímero se basan en metacrilato de ácido graso copolimerizado. En otra realización, se utilizan metacrilato de laurilo y/o metacrilato de estearilo. En una realización, el metacrilato de laurilo es el monómero elegido. Otros metacrilatos de ácidos grasos útiles incluyen metacrilato de mirístico, metacrilato de decilo, metacrilato palmítico, metacrilato oleico, metacrilato de hexadecilo, metacrilato de cetilo y metacrilato de eicosilo, y un metacrilato alifático similar de cadena lineal. Los metacrilatos o acrilatos de ácidos grasos normalmente comprenden aceites grasos comerciales que se hacen reaccionar simultáneamente con ácido metacrílico o ácido acrílico para proporcionar principalmente el metacrilato con el resto de ácido graso dominante con menores cantidades de otros acrilatos o metacrilatos de ácidos grasos.

Los monómeros etilénicamente insaturados polimerizables contienen insaturaciones carbono-carbono e incluyen monómeros vinílicos, monómeros acrílicos, monómeros alílicos, monómeros de acrilamida, y ácidos insaturados mono- y dicarboxílicos. Los ésteres de vinilo incluyen acetato de vinilo, propionato de vinilo, butiratos de vinilo, benzoatos de vinilo, acetatos de isopropilvinilo y ésteres vinílicos similares; los haluros de vinilo incluyen cloruro de vinilo, fluoruro de vinilo, y cloruro de vinilideno; los hidrocarburos aromáticos de vinilo incluyen estireno, metilestirenos y alquilestirenos inferiores similares, cloroestireno, viniltolueno, vinilnaftaleno, y divinilbenceno; los monómeros de hidrocarburos alifáticos de vinilo incluyen alfa-olefinas tales como etileno, propileno, isobutileno, y ciclohexeno así como dienos conjugados tales como 1,3-butadieno, 2-metil-butadieno, 1,3-piperileno, 2,3-dimetil-butadieno, isopreno, ciclohexano, ciclopentadieno y dicitlopentadieno. Los alquil éteres de vinilo incluyen metil vinil éter, isopropil vinil éter, n-butil vinil éter, e isobutil vinil éter. Los monómeros acrílicos incluyen monómeros tales como ésteres de alquilo inferior del ácido acrílico o metacrílico que tienen una porción de éster de alquilo que contiene entre 1 a 12 átomos de carbono, así como derivados aromáticos del ácido acrílico y metacrílico. Los monómeros acrílicos útiles incluyen, por ejemplo, ácido acrílico y metacrílico, acrilato y metacrilato de metilo, acrilato y metacrilato de etilo, acrilato y metacrilato de butilo, acrilato y metacrilato de propilo, acrilato y metacrilato de 2-etilhexilo, acrilato y metacrilato de ciclohexilo, acrilato y metacrilato de decilo, acrilato y metacrilato de isodecilo, acrilato y metacrilato de bencilo, y diversos productos de reacción tales como fenilbutilo, y cresil glicidil éteres que se hacen reaccionar con ácidos acrílicos y metacrílicos, acrilatos y metacrilatos de hidroxialquilo tales como acrilatos y metacrilatos de hidroxietilo e hidroxipropilo, así como acrilatos y metacrilatos de amino. Los monómeros acrílicos pueden incluir cantidades muy reducidas de ácidos acrílicos que incluyen ácido acrílico y metacrílico, ácido etacrílico, ácido alfa-cloroacrílico, ácido alfa-cianoacrílico, ácido crotonico, ácido beta-acriloxi propiónico, y ácido beta-estiril acrílico.

En otras formas de realización, los polímeros útiles como componente (a), el "polímero aglutinante", de las pinturas de látex son productos de copolimerización de una mezcla de comonómeros que comprenden monómeros seleccionados entre estireno, metil estireno, vinilo, o sus combinaciones. En una realización, los co-monómeros comprenden al menos el 40 por ciento en moles de monómeros seleccionados entre estireno, metil estireno, o sus combinaciones y al menos el 10 por ciento en moles de uno o más monómeros seleccionados entre acrilatos, metacrilatos, y acrilonitrilo. En otra realización, los acrilatos y metacrilatos contienen entre 4 y 16 átomos de carbono tales como, por ejemplo, acrilato de 2-etilhexilo y metacrilatos de metilo. Los monómeros se pueden usar en una proporción tal que el polímero final tenga una temperatura de transición vítrea (Tg) superior a 21 °C e inferior a 95 °C. En una realización, los polímeros tienen un peso molecular promedio en peso de al menos 100.000.

En una realización, el polímero aglutinante comprende unidades interpolimerizadas derivadas de acrilato de 2-etilhexilo. En otra realización, el polímero aglutinante comprende unidades polimerizadas que comprenden del 50 al 70 por ciento en moles de unidades derivadas de estireno, metil estireno, o sus combinaciones, del 10 al 30 por ciento en moles de unidades derivadas de acrilato de 2-etilhexilo y del 10 al 30 por ciento en moles de unidades derivadas de acrilato de metilo, acrilonitrilo, o sus combinaciones.

Los ejemplos ilustrativos de polímeros aglutinantes adecuados incluyen un copolímero cuyas unidades interpolimerizadas se derivan del 49 por ciento en moles de estireno, 11 por ciento en moles de alfa-metilestireno, 22 por ciento en moles de acrilato de 2-etilhexilo, y 18 por ciento en moles de metacrilatos de metilo con una Tg de 45 °C aproximadamente (disponible como emulsión de polímero Neocryl XA-6037 de ICI Americas, Inc., Bridgewater, NJ); un copolímero cuyas unidades interpolimerizadas se derivan del 51 por ciento en moles de estireno, 12 por ciento en moles de α -metilestireno, 17 por ciento en moles de acrilato de 2-etilhexilo, y 19 por ciento en moles de metacrilatos de metilo con una Tg de 44 °C aproximadamente (disponible como emulsión de polímero Joncryl 537 de SC Johnson & Sons, Racine, Wis.); y un terpolímero cuyas unidades interpolimerizadas se derivan del 54 por ciento en moles de estireno, 23 por ciento en moles de acrilato de 2-etilhexilo, y 23 por ciento en moles de acrilonitrilo con una Tg de 44 °C aproximadamente (disponible como emulsión de polímero Carboset™ XPD-1468 en

B.F. Goodrich Co.). En una realización, el polímero aglutinante es Joncryl™ 537.

Como se ha descrito anteriormente, las composiciones de fosfato de aluminio descritas en el presente documento se pueden usar para formular pinturas de látex como pigmento, solas o en combinación con otro pigmento.

5 Los pigmentos de cubrición adicionales adecuados incluyen pigmentos de cubrición opacificantes blancos y pigmentos orgánicos e inorgánicos de color. Ejemplos representativos de pigmentos de cubrición opacificantes blancos adecuados incluyen dióxidos de titanio de rutilo y anatasa, litopón, sulfuro de cinc, titanato de plomo, óxido de antimonio, óxido de circonio, sulfato de bario, blanco de plomo, óxido de cinc, óxido de cinc con plomo, y similares, y sus mezclas. En una realización, el pigmento de cubrición orgánico blanco es dióxido de titanio de rutilo. En otra realización, el pigmento de cubrición orgánico blanco es dióxido de titanio de rutilo que tiene un tamaño medio de partícula entre 0,2 y 0,4 micrómetros aproximadamente. Ejemplos de pigmentos orgánicos son el azul Phthalo y el amarillo Hansa. Ejemplos de pigmentos inorgánicos son óxido de hierro rojo, óxido marrón, ocre, y ocre oscuro.

15 La mayoría de las pinturas de látex conocidas contienen espesantes para modificar las propiedades reológicas de la pintura a fin de asegurar buenas características de propagación, manejo y aplicación. Los espesantes adecuados incluyen un espesante no celulósico, en una realización, un espesante asociativo; en otra realización, un espesante asociativo de uretano.

20 Los espesantes asociativos, tales como, por ejemplo, copolímeros acrílicos hinchables alcalinos modificados hidrófobamente y copolímeros de uretano modificados hidrófobamente generalmente confieren una reología más newtoniana a pinturas de emulsión en comparación con los espesantes convencionales, tales como, por ejemplo, espesantes celulósicos. Los ejemplos representativos de espesantes asociativos adecuados incluyen ácidos poliacrílicos (disponibles, por ejemplo, en Rohm & Haas Co., Filadelfia, Pa., como Acrysol RM-825 y modificador reológico QR-708) y atapulgita activada (disponible en Engelhard, Iselin, NJ como Attagel 40).

30 Las películas de látex-pintura se forman por coalescencia del polímero aglutinante para formar una matriz de unión a la temperatura ambiente de aplicación de la pintura para formar una película dura no adherente. Los disolventes coalescentes facilitan la coalescencia del aglutinante formador de película reduciendo la temperatura de formación de la película. Las pinturas de látex preferentemente contienen un disolvente coalescente. Ejemplos representativos de disolventes coalescentes adecuados incluyen 2-fenoxietanol, butil éter de dietilenglicol, ftalato de dibutilo, dietilenglicol, monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,1,3-pentanodiol, y sus combinaciones. En una realización, el disolvente de coalescencia es butil éter de dietilenglicol (butil carbitol) (disponible en Sigma-Aldrich, Milwaukee, Wis.) o monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,1,3-pentanodiol (disponible en Eastman Chemical Co., Kingsport, Tenn., como Texanol), o sus combinaciones.

40 El disolvente coalescente preferentemente se utiliza a un nivel entre 12 y 60 gramos aproximadamente o 40 gramos de disolvente coalescente aproximadamente por litro de pintura de látex o del 20 al 30 por ciento en peso aproximadamente en base al peso de los sólidos poliméricos en la pintura.

45 Las pinturas formuladas de acuerdo con diversas formas de realización proporcionadas en este documento pueden comprender, además, los materiales convencionales utilizados en pinturas, tales como, por ejemplo, plastificante, agente anti-espumante, pigmento extensor, regulador del pH, color de teñido, y biocida. Dichos ingredientes típicos se resumen, por ejemplo, en TECHNOLOGY OF PAINTS, VARNISHES AND LACQUERS, editado por C. R. Martens, R. E. Kreiger Publishing Co., p. 515 (1974).

50 Las pinturas se formulan habitualmente con "extensores funcionales" para incrementar la cobertura, reducir costes, conseguir durabilidad, alterar la apariencia, controlar la reología, e influir en otras propiedades deseables. Ejemplos de extensores funcionales incluyen, por ejemplo, sulfato de bario, carbonato de calcio, arcilla, yeso, sílice y talco.

Los extensores funcionales más comunes de pinturas planas interiores son las arcillas. Las arcillas tienen una serie de propiedades que las hacen deseables. Las arcillas calcinadas de bajo costo, por ejemplo, son útiles en el control de la viscosidad de baja cizalladura y tienen una gran área de superficie interna, que contribuye a la "cobertura seca". Pero esta superficie también está disponible para atrapar manchas.

Debido a su tendencia a absorber las manchas, es preferible que las arcillas calcinadas se utilicen en las pinturas solo en las pequeñas cantidades necesarias para el control de la reología, por ejemplo, normalmente menos de la mitad aproximadamente del pigmento de extensión total, o que no se utilicen en absoluto. Los extensores de

ejemplo para su uso en las pinturas descritas en el presente documento son los carbonatos de calcio; que en ciertas realizaciones, son carbonatos de calcio molidos ultra-finos tales como, por ejemplo, Opacimite (disponible en ECC International, Sylacauga, Ala.), Supermite (disponibles en Imerys, Roswell, Ga.), u otros que tienen un tamaño de partícula de 1,0 a 1,2 micrómetros aproximadamente. El carbonato de calcio ultra-fino ayuda a espaciar el dióxido de titanio de forma óptima para su cubrición (véase, por ejemplo, K.A. Haagenson, "The effect of extender particle size on the hiding properties of an interior latex flat paint," American Paint & Coatings Journal, 4 Abr., 1988, pp. 89-94).

Las pinturas de látex formuladas de acuerdo con diversas formas de realización descritas en este documento se pueden preparar utilizando técnicas convencionales. Por ejemplo, algunos de los componentes de pintura generalmente se mezclan juntos a alto cizallamiento para formar una mezcla que habitualmente los formuladores de pintura denominan "el molido". La consistencia de esta mezcla es comparable a la del lodo, que es deseable para dispersar los ingredientes de manera eficiente con un agitador de alto cizallamiento. Durante la preparación del molido, se utiliza alta energía de cizallamiento para separar las partículas de pigmento aglomeradas.

Los ingredientes que no se incluyan en el molido habitualmente se denominan "el descarte". El descarte por lo general es mucho menos viscoso que el molido, y por lo general se utiliza para diluir el molido para obtener una pintura final con la consistencia adecuada. La mezcla final del molido con el descarte normalmente se lleva a cabo con mezcla de bajo cizallamiento.

La mayoría de los látex de polímero no son estables al cizallamiento, y por lo tanto no se utilizan como componente del molido. La incorporación de látex inestables al cizallamiento en el molido puede resultar en la coagulación del látex, produciendo una pintura grumosa con poca o ninguna capacidad formadora de película. En consecuencia, las pinturas generalmente se preparan mediante la adición del polímero de látex en el descarte. Sin embargo, algunas pinturas formuladas de acuerdo con diversas formas de realización descritas en el presente documento contienen polímeros de látex que generalmente son estables al cizallamiento. Por lo tanto, las pinturas de látex se pueden preparar incorporando parte o todo el polímero de látex al molido. En una realización, al menos parte del polímero de látex se pone en el molido.

A continuación se presentan ejemplos de composiciones de acuerdo con diversas formas de realización descritas anteriormente. Una vez más, los expertos en la materia reconocerán las variantes que se pueden usar en las composiciones descritas en el presente documento. Los siguientes ejemplos se presentan para ejemplificar las realizaciones de la materia reivindicada. Todos los valores numéricos son aproximados. Cuando se dan intervalos numéricos, se debe entender que las realizaciones fuera de los intervalos indicados aún pueden caer dentro del alcance de la invención. Los detalles específicos descritos en cada ejemplo no deberían interpretarse como características necesarias de la invención.

Ejemplos

Ejemplo 1: Preparación de fosfato de aluminio en polvo

791 g de ácido fosfórico (81,9 % en peso de H_3PO_4 o 59,3 % en peso de P_2O_5) se hicieron reaccionar con 189 g de hidróxido de aluminio hidratado (85,3 % en peso de $Al(OH)_3$ o 58,1 % en peso de Al_2O_3) en 210 g de agua a 80 °C durante 1 h (relación molar final P/Al = 2,99) para obtener una solución de fosfato de aluminio ácido. En la segunda etapa, se añadieron simultáneamente 1155 g de una solución comercial purificada de aluminato de sodio (9,7 % en peso de Al y 11,2 % en peso de Na o 18,3 % en peso de Al_2O_3 y 15,7 % en peso de Na_2O , Na/Al final = 1,36) con una solución de fosfato de aluminio ácida a un recipiente agitado cargado con 1500 g de agua a temperatura ambiente.

El pH de la reacción final era de 7,1 y la temperatura durante la reacción se mantuvo a 45 °C. La dispersión resultante se centrifugó (30 min, 2500 rpm -fuerza centrífuga relativa: 1822 g) para eliminar el licor de reacción, formando una pasta que se lavó una vez con agua (1000 g de agua de lavado) para dar una pasta blanca húmeda (3300 g) con el 27,0 % en peso de contenido en compuestos no volátiles (902 g en base seca después de la norma ASTM D 280) y pH 7,3. La suspensión se secó por pulverización obteniéndose 1090 g de polvo de fosfato de aluminio (83 % en peso aproximadamente de contenido en compuestos no volátiles).

Ejemplo 2: Preparación de fosfato de aluminio en polvo

En este ejemplo, se prepararon 535,0 kg de fosfato de aluminio. El producto húmedo se secó en un "turbo secador" y presentaba las características de partículas huecas con el 15 % de humedad y una relación P:Al (fósforo:aluminio)

de 1:1,50.

Se utilizaron 940,0 kg de ácido fosfórico fertilizante que contiene el 55,0 % de P_2O_5 . En la fase de preparación inicial, se lleva a cabo la decoloración ácida, que duró treinta minutos aproximadamente, a una temperatura de 85 °C. Para esta fase, se añadió una solución con 8,70 kg de peróxido de hidrógeno que contiene el 50 % aproximadamente de H_2O_2 al ácido. A continuación, el ácido se diluyó con 975,0 kg de agua de proceso, se enfrió a una temperatura de 40 °C y a continuación se almacena a una concentración del 27,0 % de P_2O_5 .

La fuente de aluminio empleada en esta aplicación fue una solución comercial de sulfato de aluminio que contiene el 28 % de Al_2O_3 . La solución se filtró y se diluyó con agua de proceso. Específicamente, se combinaron 884,30 kg de solución de sulfato de aluminio y 1776,31 kg de agua de proceso para crear una solución del 9,30 % aproximadamente de Al_2O_3 .

Este experimento en particular utiliza una solución diluida de hidróxido de sodio comercial que contiene el 20,0 % de NaOH como reactivo neutralizante. Específicamente, se mezclaron 974,0 kg de solución de hidróxido de sodio con el 50 % de NaOH y 1461,0 kg de agua de proceso. La mezcla final se enfría a 40 °C.

Los tres reactivos se mezclaron simultáneamente, durante 30 minutos aproximadamente, en un reactor con 7500 litros. Durante la adición de los reactivos en el reactor, la temperatura de la mezcla se mantuvo en el intervalo de 40 °C a 45 °C, y el pH se controló para que permaneciese en un intervalo de 4,0 a 4,5. Al final de la adición de reactivos, la mezcla se mantuvo en chapoteo durante 15 minutos aproximadamente. El pH en este punto se controló a 5,0 aproximadamente con la adición de una solución de hidróxido de sodio que contenía el 5,0 % de NaOH. La suspensión resultante era de 7000 kg aproximadamente con una densidad de 1,15 g/cm³, y presentaba el 6,5 % de sólidos, que representan aproximadamente 455,0 kg de precipitado.

A continuación, la suspensión se filtró en un filtro de prensa que da lugar a 1300 kg de pasta húmeda y 5700 kg de filtrado. El filtrado se componía fundamentalmente de una solución de sulfato de sodio (Na_2SO_4). La pasta consistía en el 35 % de sólidos aproximadamente. La pasta se lavó directamente en el filtro de prensa con 3860 litros de agua de proceso, a temperatura ambiente, manteniéndose a una relación de lavado de 8,5 cm³ aproximadamente de la solución de lavado por tonelada de pasta seca. El filtrado generado en el lavado de la pasta se almacena para su uso futuro opcional o para el tratamiento de efluentes. La pasta extraída del filtro, 1300 kg aproximadamente, a continuación se transfirió a un dispersor (de aproximadamente 1000 litros) a través de una cinta transportadora. La dispersión, que contiene el 35 % de sólidos aproximadamente, tenía una densidad de 1,33 g/cm³ y una viscosidad de 80-200 cPs y que se podía utilizar como suspensión para la fabricación de pintura.

La suspensión de fosfato de aluminio dispersa, con el 35 % de sólidos aproximadamente, a continuación se bombea a un turbo secador. El producto se calentó a través de una corriente de aire caliente, a una temperatura de 135 °C. Se produjeron 535,0 kg aproximadamente de ortofosfato de aluminio con el 15 % de humedad. El producto final se micronizó y su granulometría se mantuvo por debajo de la malla 400. El análisis final del producto seco presentaba los siguientes resultados: el contenido de fósforo en el producto era del 20,2 % aproximadamente; el contenido de aluminio era del 13,9 % aproximadamente; el contenido de sodio era del 6,9 % aproximadamente y el pH de la dispersión acuosa era de 7,0 aproximadamente; el contenido de agua era del 15 % aproximadamente; la densidad esquelética era de 2,20 g/cm³, y el diámetro promedio de partículas de polvo era de 5 a 10 micrómetros.

45 Ejemplo 3: Preparación de una suspensión de fosfato de aluminio que contiene el 51 % en peso de fosfato de aluminio y mediciones de la viscosidad

Una suspensión madre que tiene un contenido de compuestos no volátiles del 37,2 % en peso y un polvo madre de fosfato de aluminio que contiene el 85,5 % en peso de compuestos no volátiles se utiliza con los siguientes dispersantes en diversas cantidades para preparar las muestras de suspensión de fosfato de aluminio que contienen el 51 % en peso y > 51 % en peso de fosfato de aluminio:

- i. Pirofosfato tetrasódico (TSPP), $Na_4P_2O_7$,
- 55 ii. Hexametáfosfato de sodio, $Na(PO_3)_x$, Nuclear; cf. documento WO 2008/017135.
- iii. Trifosfato pentasódico, $Na_5P_3O_{10}$, Merck.
- iv. Fosfato trisódico dodecahidratado, Na_3PO_4 , Merck.

v. Pirofosfato tetrapotásico (TKPP), $K_4P_2O_7$,

5 vi. Trifosfato de potasio y sodio, $K_{4,65}Na_{0,35}P_3O_{10}$, preparado a partir de (iii) usando de resina de intercambio iónico (Dowex 50WX4-400).

La solubilidad de los dispersantes de fosfato en agua (% en peso) a 20-25 °C se proporciona en la Tabla 2 a continuación:

10 Tabla 2: Solubilidad de dispersantes de fosfato en agua

| Dispersante | Solubilidad en agua (% en peso) a 20-25 °C |
|---|--|
| Pirofosfato tetrasódico | 5-6 ^(a) |
| Hexametáfosfato de sodio (WO 2008/017135) | 20-30 ^(b) |
| Trifosfato pentasódico | 13 a 15 ^(a) |
| Fosfato trisódico dodecahidratado | 25 ^(b) |
| Pirofosfato tetrapotásico | 60 ^(b) |

^(a) Enciclopedia Ullmann de Química Industrial.

^(b) determinado usando métodos convencionales

15

Preparación de la suspensión

A) Suspensión de fosfato de aluminio al 51 % en peso sin dispersante

20 Se añadieron lentamente 52,0 g de fosfato de aluminio en polvo madre a 140,0 g de suspensión madre de fosfato de aluminio. La mezcla se realiza utilizando un dispersor de Cowles, con agitación a una velocidad de 730 ± 30 rpm, la adición de polvo llevó unos 25 minutos y la mezcla final se agitó adicionalmente durante 15 minutos.

B) Suspensiones de fosfato de aluminio al 51 % en peso con dispersante

25

Las soluciones madre dispersantes se prepararon disolviendo cada sal de fosfato en agua destilada para dar las siguientes concentraciones:

5,0 % en peso de pirofosfato tetrasódico,

30 20 % en peso de hexametáfosfato de sodio,

11 % en peso de trifosfato pentasódico,

7,7 % en peso de fosfato trisódico dodecahidratado,

50 % en peso de pirofosfato tetrapotásico, y

8 % en peso de trifosfato de sodio y potasio.

35

Se añadieron soluciones dispersantes de fosfato a la suspensión madre de fosfato de aluminio para conseguir la concentración deseada de dispersante. A continuación se añadió polvo de fosfato de aluminio a la suspensión dispersante de fosfato de aluminio. Las cantidades de todos los componentes utilizados para preparar la suspensión de fosfato de aluminio al 51 % se resumen en la Tabla 3 y 4.

40

ES 2 581 656 T3

Tabla 3: Composiciones de suspensión de fosfato de aluminio con diversos dispersantes:

| Dispersante | Concentración de dispersante en suspensión de fosfato de aluminio al 51 % (en % peso) | Suspensión madre de fosfato de aluminio | Cantidad de solución dispersante (g) | Cantidad de fosfato de aluminio en polvo (g) | Peso total (g) |
|--|---|---|--------------------------------------|--|----------------|
| Na ₃ PO ₄ | 0,24 | 150,00 | 7,50 | 82,50 | 240,00 |
| | 0,50 | 200,00 | 23,00 | 129,00 | 352,00 |
| Na ₄ P ₂ O ₇ | 0,10 | 100,00 | 3,00 | 49,00 | 152,00 |
| | 0,27 | 140,00 | 12,00 | 70,00 | 222,00 |
| | 0,50 | 140,00 | 26,00 | 94,00 | 260,00 |
| | 0,97 | 140,00 | 70,00 | 150,00 | 360,00 |
| | 1,49 | 70,00 | 100,00 | 165,00 | 335,00 |
| K ₄ P ₂ O ₇ | 0,25 | 100,00 | 0,72 | 46,00 | 146,72 |
| | 0,51 | 100,00 | 1,50 | 47,00 | 148,50 |
| | 0,99 | 100,00 | 3,00 | 49,00 | 152,00 |
| | 1,54 | 100,00 | 4,80 | 51,50 | 156,30 |
| Na ₅ P ₃ O ₁₀ | 0,10 | 100,00 | 1,50 | 47,00 | 148,50 |
| | 0,25 | 150,00 | 5,50 | 80,00 | 235,50 |
| | 0,53 | 150,00 | 12,50 | 95,00 | 257,50 |
| | 0,99 | 150,00 | 26,00 | 110,00 | 286,00 |
| | 1,52 | 100,00 | 31,50 | 94,50 | 226,00 |
| | 3,06 | 20,00 | 34,00 | 57,00 | 111,00 |
| K _{4,650,35} NaP ₃ O ₁₀ | 0,10 | 100,00 | 47,00 | 1,20 | 148,20 |
| | 0,24 | 100,00 | 49,00 | 3,10 | 152,10 |
| | 0,52 | 100,00 | 55,00 | 7,00 | 162,00 |
| | 0,99 | 100,00 | 66,00 | 15,00 | 181,00 |
| | 1,51 | 100,00 | 81,00 | 26,00 | 207,00 |
| | 3,02 | 50,00 | 87,00 | 46,00 | 183,00 |
| Na(PO ₃) _x | 0,10 | 135,00 | 1,00 | 63,00 | 199,00 |
| | 0,29 | 140,00 | 2,60 | 34,00 | 176,60 |
| | 0,49 | 140,00 | 5,00 | 60,00 | 205,00 |
| | 1,00 | 140,00 | 11,00 | 70,00 | 221,00 |
| | 1,51 | 140,00 | 18,00 | 80,00 | 238,00 |
| | 3,04 | 100,00 | 35,00 | 95,00 | 230,00 |

Tabla 4: Composiciones de suspensión de fosfato de aluminio con mezclas de dispersantes:

| Mezcla dispersante | Concentración de dispersante en suspensión de fosfato de aluminio al 51 % (en % peso) | | Suspensión madre de fosfato de aluminio | Cantidad de solución dispersante (g) | | Cantidad de fosfato de aluminio en polvo (g) | Peso total (g) |
|--------------------|---|---|---|--|---|--|----------------|
| | Na ₅ P ₃ O ₁₀ | Na(PO ₃) _x cf., WO 2008/017135 | | Na ₅ P ₃ O ₁₀ | Na(PO ₃) _x cf., WO 2008/017135 | | |
| A | 0,98 | 0,49 | 100,00 | 20,00 | 5,00 | 80,00 | 205,00 |
| B | 0,50 | 0,99 | 100,00 | 9,40 | 9,40 | 71,00 | 189,80 |

Tabla 5: composiciones de suspensión con > 51 % en peso de fosfato de aluminio

5

| Concentración de fosfato de aluminio en la suspensión final (en % peso) | Concentración de dispersante en suspensión de fosfato de aluminio (en % peso) | Suspensión madre de fosfato de aluminio (g) | Cantidad de solución dispersante (g) | Cantidad de fosfato de aluminio en polvo (g) | Peso total (g) |
|---|---|---|--------------------------------------|--|----------------|
| 54,17 | 0,99 | 100,00 | 21,00 | 90,50 | 211,50 |
| 53,85 | 1,51 | 100,00 | 39,00 | 119,00 | 258,00 |
| 55,71 | 0,98 | 100,00 | 19,70 | 99,00 | 218,70 |
| 55,45 | 1,51 | 100,00 | 37,00 | 129,00 | 266,00 |

Mediciones de la viscosidad

10 La viscosidad de composiciones de suspensión de fosfato de aluminio al 51 % se midió utilizando un reómetro Rheoterm 115 (Contraves). Las muestras de suspensión de fosfato de aluminio al 51 % se agitaron durante 15 min, usando un dispersor de Cowles, con una velocidad de agitación fijada a 730 ± 30 rpm. A continuación la muestra se añadió a un recipiente de geometría cilíndrica coaxial y el agitador se colocó dentro del recipiente. La muestra se dejó reposar durante 1 hora a 25 °C. A continuación se realizaron las lecturas de la viscosidad a velocidades de cizallamiento de 100, 300 y 500 s⁻¹ y se proporcionan en las Tablas 6 y 7.

Tabla 6: Viscosidad y comportamiento de sedimentación de composiciones de suspensión de fosfato de aluminio al 51 % preparadas con varios dispersantes

| Dispersante | Concentración de dispersante (% en peso) | Suspensión al 51 % | | | | |
|--|--|----------------------------------|---------------------|---------------------|---------------------|------|
| | | Sedimentación (%) ^{1,2} | Viscosidad | | | |
| | | | 100 s ⁻¹ | 300 s ⁻¹ | 500 s ⁻¹ | |
| Ninguno | 0 | 0 | 2,064 ± 177 | 1,334 ± 103 | 1,084 ± 167 | |
| Na ₃ PO ₄ | 0,25 | 0 | 1780 | 1130 | 982 | |
| | 0,5 | 0 | 2064 | 1273 | 1024 | |
| Na ₄ P ₂ O ₇ | 0,10 | 0 | 1805 | 1068 | 871 | |
| | 0,25 | 0 | 1,406 ± 411 | 877 ± 225 | 705 ± 206 | |
| | 0,5 | 0 | 1,406 ± 193 | 813 ± 102 | 609 ± 101 | |
| | 1,0 | 0 | 1,813 ± 378 | 1050 ± 93 | 698 ± 27 | |
| | 15 | 0 | 1,890 ± 186 | 1017 ± 44 | 697 ± 6 | |
| K ₄ P ₂ O ₇ | 0,25 | 0 | 2139 | 1343 | 1097 | |
| | 0,5 | 0 | 1888 | 1183 | 939 | |
| | 1,0 | 0 | 1312 | 670 | 553 | |
| | 15 | 0 | 2774 | 1396 | 1051 | |
| Na ₅ P ₃ O ₁₀ | 0,10 | 0 | 1963 | 1174 | 966 | |
| | 0,25 | 0 | 1,361 ± 165 | 843 ± 89 | 649 ± 89 | |
| | 0,5 | 0 | 927 ± 224 | 662 ± 81 | 508 ± 50 | |
| | 1,0 | 60 | 760 | 462 | 393 | |
| | 15 | 55 | 576 | 583 | 425 | |
| | 3,0 | 96 | 585 | 465 | 376 | |
| K _{4,65} Na _{0,35} P ₃ O ₁₀ | 0,10 | 0 | 2164 | 1219 | 954 | |
| | 0,25 | 0 | 1629 | 956 | 797 | |
| | 0,5 | 0 | 1855 | 961 | 662 | |
| | 1,0 | 0 | 927 | 704 | 561 | |
| | 15 | 24 | 801 | 633 | 509 | |
| | 3,0 | 74 | 727 | 575 | 460 | |
| Na(PO ₃) _x | 0,10 | 0 | 2047 | 1155 | 893 | |
| | 0,25 | 0 | 1152 ± 44 | 802 ± 58 | 680 ± 47 | |
| | 0,5 | 0 | 965 ± 135 | 604 ± 81 | 475 ± 54 | |
| | 1,0 | 0 | 1,044 ± 295 | 660 ± 196 | 500 ± 152 | |
| | 15 | 0 | 973 ± 76 | 591 ± 67 | 456 ± 40 | |
| | 3,0 | 0 | 2523 | 1236 | 893 | |
| Na ₅ P ₃ O ₁₀ + Na(PO ₃) _x | A ³ | 1,5 (total) | 0 | 1161 | 852 | 681 |
| | B ⁴ | 1,5 (total) | 0 | 1872 | 1359 | 1023 |

¹ Después de 3 horas de reposo a temperatura ambiente (23 ± 2 °C).

² % de la altura ocupada por sedimento.

³ Na₅P₃O₁₀ (0,98 % en peso) y Na(PO₃)_x (0,49 % en peso).

⁴ Na₅P₃O₁₀ (0,50 % en peso) y Na(PO₃)_x (0,99 % en peso).

5 Tabla 7: Viscosidad y comportamiento de sedimentación de composiciones de suspensión que comprenden > 51 % de fosfato de aluminio preparado con dispersantes de trifosfato pentasódico

| Concentración de fosfato de aluminio en la suspensión final (% en peso) | Concentración de dispersante en la suspensión de fosfato de aluminio (% en peso) | Sedimentación (%) | 100 s ⁻¹ | 300 s ⁻¹ | 500 s ⁻¹ |
|---|--|-------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 54,17 | 0,99 | 0 | 2874 | 1682 | 1218 |
| 53,85 | 1,51 | 0 | 1308 | 914 | 757 |
| 55,71 | 0,98 | 0 | 3693 | 1926 | 1437 |
| 55,45 | 1,51 | 0 | 5623 | 2405 | 1687 |

Como se observa con los datos en las Tablas 6-7 y la Figura 1, los dispersantes hexametáfosfato de sodio y

pentasódico trifosfato producen viscosidades más bajas para la suspensión de fosfato de aluminio al 51 % en peso. La mayoría de las muestras tras permanecer en reposo evolucionaron a la formación de un gel, pero los geles formados eran mucho más débiles que el gel formado en la suspensión de fosfato de aluminio al 51 % en peso sin dispersante. Los geles formados no fluyen bajo la acción de la gravedad, pero fácilmente se vuelven menos densos cuando se someten a cizallamiento. EL trifosfato de sodio y potasio, $K_{4,65}Na_{0,35}P_3O_{10}$, también produjo una viscosidad más baja para la suspensión de fosfato de aluminio al 51 % con dos beneficios: (i) ausencia de sedimentación a una concentración del 1 % en peso, y (ii) el gel formado era mucho más débil que la suspensión con trifosfato pentasódico. En el caso de la suspensión de fosfato de aluminio al 51 % en peso con $Na_5P_3O_{10}$ y $K_{4,65}Na_{0,35}P_3O_{10}$, a una mayor concentración de dispersante, la reducción de la viscosidad fue excesiva, permitiendo la formación de sedimentos acumulados.

El aumento del contenido de sólido en la composición de suspensión con $Na_5P_3O_{10}$ parecía evitar la sedimentación, pero la viscosidad aumentó considerablemente y la suspensión se convirtió en un gel que no se vuelve menos denso fácilmente. En ciertas realizaciones, la concentración útil más alta de fosfato de aluminio en la suspensión es del 54 % en peso aproximadamente con el 1,5 % en peso aproximadamente de $Na_5P_3O_{10}$ (segunda línea, Tabla 7).

La mayor parte de las suspensiones al 51 % en peso analizadas habían incrementado sus viscosidades después de las pruebas de envejecimiento acelerado (7 días a 54 °C); sin embargo, la viscosidad aún era la más alta para la suspensión sin dispersante. Las composiciones de suspensión con $Na(PO_3)_x$ al 1,0 y al 1,5 % en peso no mostraron un aumento significativo de la viscosidad después de la prueba de envejecimiento. Las suspensiones después de 3 semanas a temperatura ambiente (véase, Figura 2) no mostraron ninguna correlación con los ensayos acelerados en el horno (7 días a 54 °C).

La composición de la suspensión al 51 % en peso sin dispersante disminuye su viscosidad después de la preparación y las suspensiones con la menor concentración de dispersante (0,25 y 0,50 %) tienden a incrementar sus viscosidades con el tiempo, excepto $Na_5P_3O_{10}$ que se mantiene a su valor inicial. Por otro lado, en las suspensiones al 51 % en peso con pirofosfato tetrasódico y $Na(PO_3)_x$ a la concentración más alta (1,0 y 1,5 %), las viscosidades tienden a disminuir respecto al valor inicial.

En ciertas realizaciones, el intervalo de viscosidad adecuado para preparar una suspensión de fosfato de aluminio al 51 % es de 900 a 1150 cPs. En este intervalo, se forma un gel débil en las suspensiones tras dejarse en reposo y no se observa sedimentación.

En una película seca de pintura típica, el pigmento y las partículas de relleno se dispersan en la película de resina. El poder de cubrición depende en gran medida de los índices de refracción y los tamaños de las partículas. Como se ha mencionado, el dióxido de titanio actualmente es el pigmento blanco convencional debido a su gran índice de refracción y a la ausencia de absorción de la luz en la región visible. Una película seca de una pintura formulada con las composiciones de fosfato de aluminio de algunas realizaciones proporcionadas en este documento tiene varias diferencias con respecto a la película seca de pintura típica. En primer lugar, la película con el fosfato de aluminio no es solo una película de resina. Más bien está formada por resina enmarañada y fosfato de aluminio. Por lo tanto, es una película de material nanocompuesto que combina las dos fases interpenetrantes con diferentes propiedades para lograr beneficios sinérgicos, en relación con las propiedades mecánicas de la película y de resistencia al agua y a otros agentes agresivos. En segundo lugar, se obtiene un buen poder de cubrición de la película a contenidos de dióxido de titanio inferiores, debido a que la película contiene una gran cantidad de poros cerrados que dispersan la luz. Por otra parte, si una partícula de dióxido de titanio es adyacente a uno de estos huecos, se dispersan mucho más que si está completamente rodeada por la resina, debido al mayor gradiente del índice de refracción. Esto crea un sinergismo entre el nuevo fosfato de aluminio y el dióxido de titanio, en lo que se refiere al poder de cubrición.

En pruebas de comparación de una película seca de pintura convencional con una película con fosfato de aluminio, se selecciona una formulación comercial convencional de una pintura acrílica semi-mate y el dióxido de titanio se sustituye progresivamente por el producto de fosfato de aluminio. El contenido de agua y otros componentes de la pintura se ajustan según sea necesario. Algunas de las modificaciones en la fórmula de esta realización están relacionadas con una disminución del uso de espesante/modificador de la reología, dispersante, resina acrílica y agente de coalescencia.

Como se ha demostrado anteriormente, las realizaciones descritas en este documento proporcionan composiciones que comprenden una suspensión de fosfato de aluminio que comprende el 40-70 % aproximadamente de compuestos no volátiles y uno o más dispersantes.

REIVINDICACIONES

1. Una suspensión que comprende partículas de fosfato de aluminio amorfo y un dispersante, en la que la concentración de fosfato de aluminio se encuentra entre el 40 y el 70 % en peso y la concentración de dispersante es inferior al 3,5 % en peso en base al peso total de la suspensión, en el que el dispersante se selecciona entre un dispersante de fosfato seleccionado entre pirofosfato tetrasódico, trifosfato pentasódico, fosfato trisódico dodecahidratado, pirofosfato tetrapotásico, trifosfato de sodio y potasio; y una de sus combinaciones.
2. La suspensión de la reivindicación 1, en la que la concentración de dispersante es inferior al 2 % en peso en base al peso total de la suspensión.
3. La suspensión de la reivindicación 1, en la que la concentración de dispersante es inferior al 1 % en peso en base al peso total de la suspensión.
4. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en la que la concentración de dispersante es del 0,1 al 1 % en peso en base al peso total de la suspensión.
5. La suspensión de la reivindicación 1, en la que la concentración de dispersante es del 0,25 al 1 % en peso en base al peso total de la suspensión.
6. La suspensión de la reivindicación 1, en la que la concentración de dispersante es del 0,25, 0,5, 0,75 o 1 % peso en base al peso total de la suspensión.
7. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en la que la concentración de fosfato de aluminio es del 50 al 60 % en peso en base al peso total de la suspensión.
8. La suspensión de la reivindicación 1, en la que la concentración de fosfato de aluminio es del 50, 51, 52, 53, 54, 55 o 56 % en peso en base al peso total de la suspensión.
9. La suspensión de la reivindicación 1, en la que la concentración de fosfato de aluminio es del 51 % en peso y la concentración de dispersante es inferior al 1,5 % en peso en base al peso total de la suspensión.
10. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-9 que tiene una viscosidad que oscila entre 300 cPs y hasta 3500 cPs medida a velocidades de cizallamiento de 100 s^{-1} .
11. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-10, en la que la viscosidad oscila entre 900 cPs hasta 1150 cPs medida a 100 s^{-1} .
12. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en la que las partículas de fosfato de aluminio se caracterizan por una densidad esquelética de $1,73\text{-}2,40 \text{ g/cm}^3$.
13. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-11, en la que las partículas de fosfato de aluminio se caracterizan por una densidad esquelética inferior a $1,96, 1,98, 2,00, \text{ o } 2,25 \text{ g/cm}^3$.
14. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en la que el fosfato de aluminio se caracteriza por una relación molar de fósforo a aluminio de 0,65 a 1,76.
15. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en la que el fosfato de aluminio se caracteriza por una relación molar de fósforo a aluminio de 0,5 a 1,5.
16. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en la que el fosfato de aluminio se caracteriza por una relación molar de fósforo a aluminio de 0,8 a 1,3.
17. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-13, en la que el fosfato de aluminio se caracteriza por una relación molar de fósforo a aluminio de 1.
18. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-17, en la que el fosfato de aluminio se caracteriza por un tamaño medio de radio de partícula individual de entre 5 y 80 nanómetros

19. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-18, en la que el fosfato de aluminio se caracteriza por 1 a 4 huecos por partícula de fosfato de aluminio amorfo en forma pulverizada.
20. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-19, en la que el fosfato de aluminio además comprende un ion.
21. La suspensión de la reivindicación 20, en la que el ion es sodio.
22. La suspensión de la reivindicación 20, en la que el ion se selecciona entre calcio, potasio, borato y amonio.
23. Una composición de revestimiento que comprende un disolvente y la suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 1-22.
24. La composición de revestimiento de la reivindicación 23, en la que la composición de revestimiento además comprende dióxido de titanio.
25. La composición de revestimiento de la reivindicación 23, en la que la composición de revestimiento está esencialmente libre de dióxido de titanio.
26. La composición de revestimiento de la reivindicación 23, en la que el disolvente comprende agua.
27. La composición de revestimiento de la reivindicación 23, en la que el disolvente comprende un disolvente polar.
28. La composición de revestimiento de la reivindicación 23, en la que el disolvente comprende un disolvente no polar.
29. La composición de revestimiento de la reivindicación 23, en la que dicho disolvente comprende un disolvente orgánico.
30. Un proceso para la preparación de una composición de suspensión de fosfato de aluminio estable que comprende:
- a) mezclar
- i) una suspensión madre que comprende el 30-40 % en peso de fosfato de aluminio amorfo en base al peso total de la suspensión;
 - ii) polvo de fosfato de aluminio amorfo, y
 - iii) un dispersante, en el que el dispersante se selecciona entre un dispersante de fosfato seleccionado entre pirofosfato tetrasódico, trifosfato pentasódico, fosfato trisódico dodecahidratado, pirofosfato tetrapotásico, trifosfato de sodio y potasio; y una de sus combinaciones; y
- b) agitar con un dispersor a una velocidad de agitación de 500-2000 rpm.
31. Un proceso para la preparación de una composición de suspensión de fosfato de aluminio estable que comprende
- a) mezclar:
- i) polvo de fosfato de aluminio amorfo, en el que el fosfato de aluminio amorfo se prepara combinando ácido fosfórico con hidróxido de aluminio y aluminato de sodio y
 - ii) un dispersante en el que el dispersante se selecciona entre un dispersante de fosfato seleccionado entre pirofosfato tetrasódico, trifosfato pentasódico, fosfato trisódico dodecahidratado, pirofosfato tetrapotásico, trifosfato de sodio y potasio; y una de sus combinaciones; y
 - iii) agua, y
- b) agitar con un dispersor a una velocidad de agitación de 500-2000 rpm.

- 32 Uso de la suspensión de la reivindicación 1 en una pintura, barniz, tinta de impresión, papel o plástico.
33. El proceso según la reivindicación 30 en el que el fosfato de aluminio amorfo se prepara:
- 5 combinando ácido fosfórico con hidróxido de aluminio para producir fosfato de aluminio; y
 combinando el fosfato de aluminio con aluminato de sodio para formar el fosfato de aluminio amorfo.
34. El proceso según la reivindicación 33, en el que antes de la etapa de combinación con aluminato de sodio, el fosfato de aluminio se suministra en forma de solución ácida que tiene un pH inferior a 3.
- 10 35. El proceso según la reivindicación 34 en el que el aluminato sódico se suministra en forma de solución que tiene un pH superior a 10.
36. El proceso según la reivindicación 30 en el que el fosfato de aluminio amorfo se prepara combinando
- 15 ácido fosfórico con hidróxido de aluminio y aluminato de sodio.
37. El proceso según la reivindicación 31 en el que el fosfato de aluminio amorfo se prepara:
- combinando ácido fosfórico con hidróxido de aluminio para producir fosfato de aluminio; y
- 20 combinando el fosfato de aluminio con aluminato de sodio para formar el fosfato de aluminio amorfo.

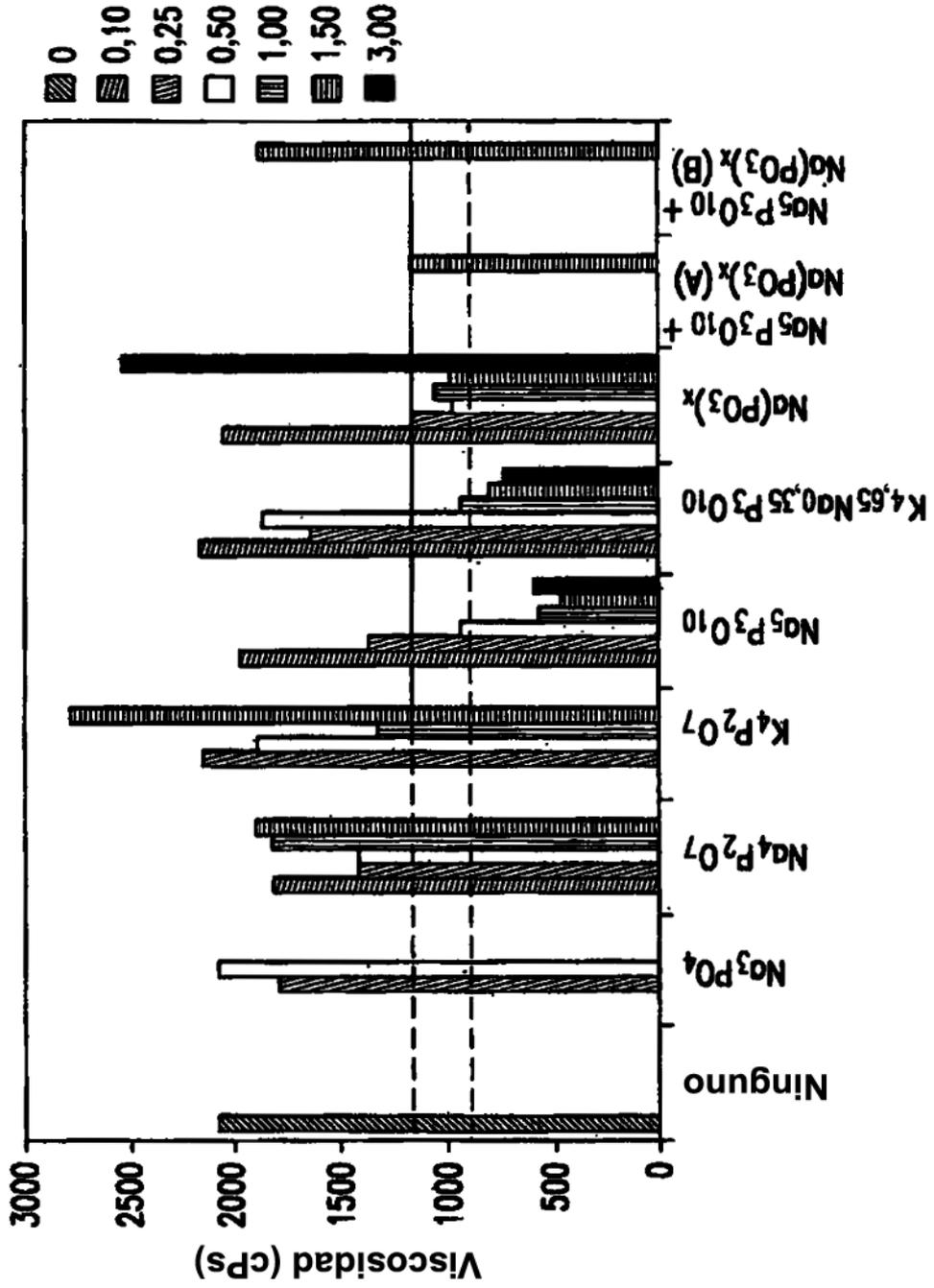


FIG.1

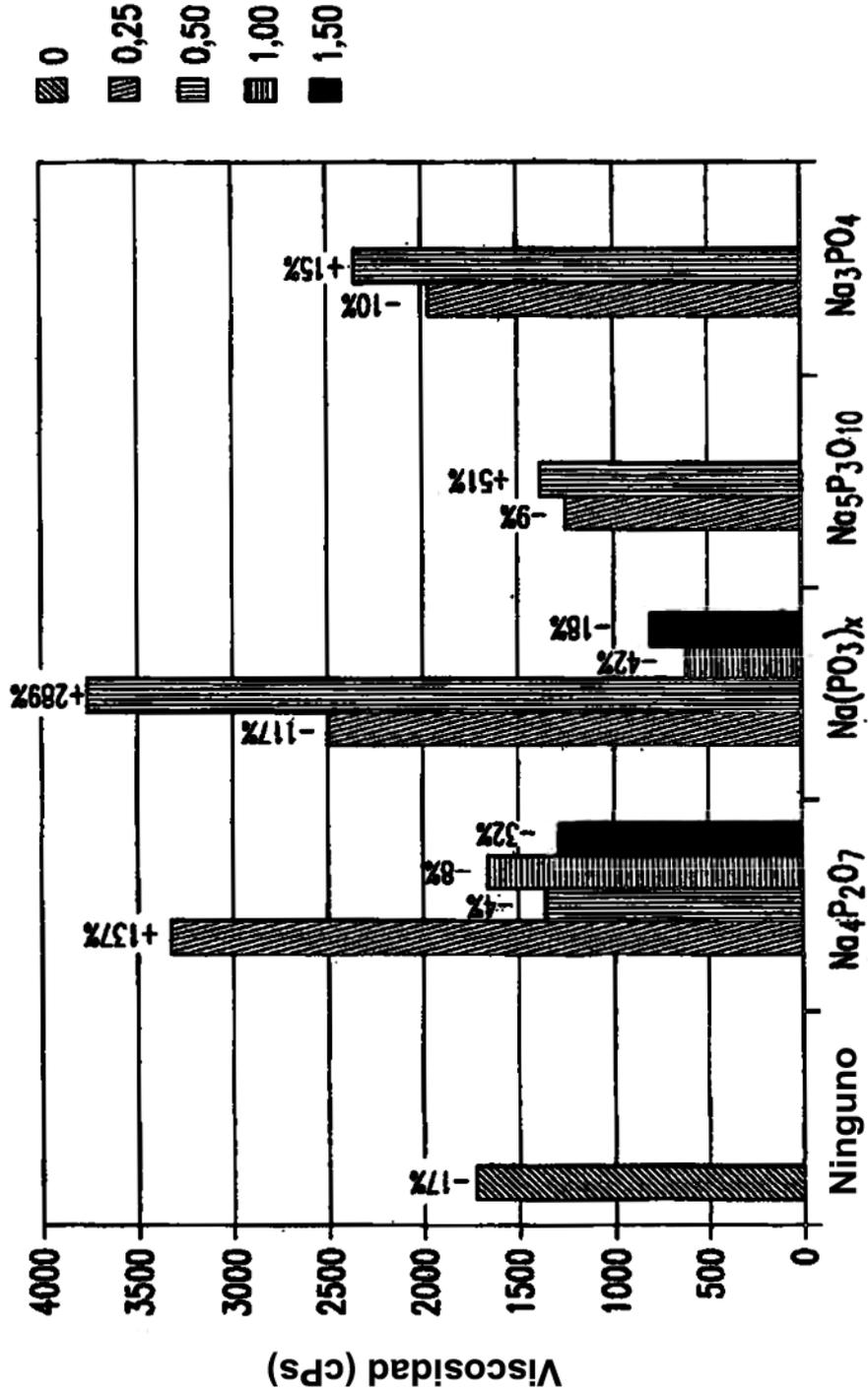


FIG.2