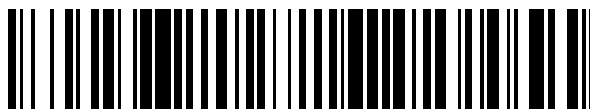


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 610 025**

51 Int. Cl.:

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

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.08.2007** **PCT/BR2007/000204**
87 Fecha y número de publicación internacional: **14.02.2008** **WO08017135**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.08.2007** **E 07784933 (9)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.11.2016** **EP 2066585**

54 Título: **Preparación de partículas de fosfato o de polifosfato de aluminio**

30 Prioridad:

11.08.2006 US 837397 P
22.02.2007 US 903237 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.04.2017

73 Titular/es:

BUNGE AMORPHIC SOLUTIONS LLC (50.0%)
50 Main Street, 7th Floor
White Plains, NY 10606, US y
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS -
UNICAMP (50.0%)

72 Inventor/es:

DE BRITO, JOÃO;
GALEMBECK, FERNANDO;
ROSSETO, RENATO y
MASTRÂNGELO AMARO DOS SANTOS, ÁDAMO
CÉSAR

74 Agente/Representante:

ROEB DÍAZ-ÁLVAREZ, María

ES 2 610 025 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

Preparación de partículas de fosfato o de polifosfato de aluminio

5 **Campo de la invención**

En el presente documento se proporcionan procesos de preparación de composiciones que comprenden fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio que comprenden partículas huecas. Además, se proporcionan usos de tales partículas como pigmentos en pinturas. También se proporcionan composiciones de fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio y polifosfato de aluminio en forma de una suspensión. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio, ortofosfato de aluminio o polifosfato de aluminio comprende además un ión, tal como ión sodio, potasio o litio.

15 **Antecedentes de invención**

El dióxido de titanio es el pigmento blanco más común debido a su fuerte capacidad para retrodispersar la luz visible, que a su vez es dependiente de su índice de refracción. Se han buscado sustitutos del dióxido de titanio, pero los índices de refracción de tanto las formas de anatasa como de rutilo de este óxido son mucho mayores que los de cualquier otro polvo blanco, debido a motivos estructurales.

Los pigmentos de dióxido de titanio son insolubles en los vehículos de recubrimiento en los que se dispersan. Las propiedades de rendimiento de tales pigmentos de dióxido de titanio, que incluyen sus características físicas y químicas, se determinan por el tamaño de partícula del pigmento y la composición química de su superficie. El dióxido de titanio está comercialmente disponible en dos estructuras cristalinas: anatasa y rutilo. Se prefieren pigmentos de dióxido de titanio de rutilo, ya que dispersan la luz más eficazmente y son más estables y duraderos que los pigmentos de anatasa. El titanio dispersa la luz fuertemente debido a su alto índice de refracción, que es notablemente diferente de aquél de la mayoría de las resinas o componentes de pintura.

Las capacidades decorativas y funcionales del dióxido de titanio son debidas a su potencia de dispersión, que hace que sea un pigmento altamente deseable. Sin embargo, se sabe que el dióxido de titanio es un pigmento caro de fabricar. Por consiguiente, existe la necesidad de un sustituto más asequible del dióxido de titanio como pigmento. También existe la necesidad de métodos de fabricación rentables del fosfato de aluminio con partículas huecas.

Varias publicaciones describen la síntesis de fosfato de aluminio para diversos usos: por ejemplo, la patente de EE.UU. N.º 4.542.001 describe la preparación de fosfato de aluminio cristalino haciendo reaccionar diversos hidróxidos de aluminio, alúminas y ácido fosfórico para su uso como material de catalizador o material electrónico. Los documentos FR 2157866 y GB 1403242 describen la preparación de gel de fosfato de aluminio haciendo reaccionar aluminato de sodio, ácido fosfórico y sulfato de aluminio. El gel de fosfato de aluminio preparado por el proceso es útil como agente terapéutico. La publicación de EE.UU. N.º 2006/045831 describe un pigmento blanco que comprende partículas de fosfato o de polifosfato de aluminio amorfo para su uso en pinturas. Las partículas de fosfato o de polifosfato de aluminio se preparan haciendo reaccionar ácido fosfórico, sulfato de aluminio e hidróxido de sodio o de amonio.

La patente de EE.UU. N.º 6.0022.513 describe un proceso para la preparación de aluminofosfato amorfo usando una solución básica de sales tal como una mezcla de aluminato de sodio y fosfato de sodio que se neutraliza con una solución acuosa de ácido tal como HCl con un pH inferior a 6. El aluminofosfato amorfo tiene una microestructura de hojas, además de esferas de aluminofosfato, y es útil como soporte para catalizadores.

50 **Sumario de la invención**

En el presente documento se proporciona un proceso de preparación de una dispersión que comprende fosfato o polifosfato de aluminio amorfo como se define en la reivindicación 1. En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo comprende además un ión, tal como ión sodio, potasio o litio. En una realización, el proceso comprende hacer reaccionar ácido fosfórico e hidróxido de aluminio para dar una solución o suspensión ácida de fosfato de aluminio. El proceso puede comprender además una etapa de neutralización. La etapa de neutralización puede llevarse a cabo por aluminato de sodio.

Aspectos adicionales de la presente invención están relacionados con una suspensión que comprende 20-60 % de fosfato o polifosfato de aluminio amorfo en peso medido según ASTM D280 y un agente dispersante seleccionado de polifosfato de sodio, copolímero de poliéter y polisiloxano o una combinación de los mismos, y en la que la suspensión tiene una viscosidad que oscila de 50 cPs a 150 cPs como se define en la reivindicación 3 y una dispersión que comprende partículas de fosfato o polifosfato de aluminio amorfo que tienen una distribución del tamaño de partícula entre 0,1 y 5 micrómetros como se define en la reivindicación 9.

El proceso según la reivindicación 1 comprende hacer reaccionar ácido fosfórico, hidróxido de aluminio y aluminato de sodio o hacer reaccionar una solución ácida de un 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 solución ácida de un fosfato de aluminio. En una realización, el fosfato de aluminio se produce como un fosfato de aluminio soluble en agua. En ciertas realizaciones, el pH del fosfato de aluminio soluble en agua es inferior a aproximadamente 3,5. En ciertas realizaciones, el pH es aproximadamente 3, 2,5, 2, 1,5 o 1. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio se produce como una dispersión sólido-líquido fina a un pH más alto. En una realización, el pH es aproximadamente 3, 4, 5 o 6.

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

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

En ciertas realizaciones, el reactor para realizar la segunda etapa de la reacción, es decir, la reacción de una solución o dispersión acuosa ácida de fosfato de aluminio de la primera etapa química con aluminato de sodio, tiene un rendimiento de mezcla y de tensión de cizallamiento muy alto para mezclar los reactantes y para generar un precipitado sólido con la distribución del tamaño de partícula deseada. En ciertas realizaciones, las propiedades de dispersión del reactor podrían ajustarse para los requisitos del proceso de secado por pulverización.

En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo comprende además un ión, tal como ión sodio, potasio o litio. En una realización, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo comprende además sodio. En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo se caracteriza por una densidad esquelética de entre 1,95 y 2,50 gramos por centímetro cúbico. En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una relación molar de fósforo con respecto a aluminio de superior a 0,8 o 1,3. El fosfato o polifosfato de aluminio puede estar en una forma de suspensión. En una realización, el fosfato o polifosfato de aluminio está en una forma de polvo y, por ejemplo, tiene de uno a cuatro huecos por partícula de polvo de fosfato o polifosfato de aluminio amorfo. La forma de polvo del producto puede comprender un tamaño del radio de partícula individual promedio de entre 10 y 40 nanómetros.

El fosfato o polifosfato de aluminio pueden usarse como componente en una pintura, y preferentemente, como un sustituto (en parte o por completo) del dióxido de titanio. El producto también puede usarse como componente en un barniz, tinta de impresión, o plástico. El fosfato o polifosfato de aluminio puede secarse a temperaturas por debajo de 130 °C, e incluso a temperatura ambiente, para producir un polvo que contiene 10-20 por ciento en peso de agua.

En una realización, el proceso de preparación de una dispersión que comprende fosfato o polifosfato de aluminio amorfo generalmente comprende las siguientes etapas: combinar ácido fosfórico e hidróxido de aluminio seguido por la adición de aluminato de sodio. En ciertas realizaciones, el proceso comprende además filtrar y lavar el producto de una suspensión en una torta. La torta lavada puede dispersarse además en disolvente. En una realización, el proceso implica el secado de la torta. En realizaciones adicionales, el producto seco se polimeriza. En otra realización, el proceso comprende la etapa de micronización del producto.

Descripción de realizaciones de la invención

En el presente documento se proporciona una composición de fosfato de aluminio que comprende fosfato de aluminio, polifosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, o una mezcla de los mismos. Los términos "fosfato de aluminio" y "composición de fosfato de aluminio", como se usan en el presente documento, pretenden incluir tanto fosfato de aluminio, además de polifosfato de aluminio, metafosfato de aluminio, y mezclas de los mismos. El término "hueco" referido en el presente documento es generalmente sinónimo del término "partícula hueca" y también se describe en el presente documento como un "hueco cerrado". El hueco (o hueco cerrado o partícula hueca) es parte de una estructura de núcleo y envuelta de la mezcla de fosfato de aluminio. Los huecos pueden observarse y/o caracterizarse usando tanto microscopios electrónicos de transmisión como de barrido ("TEMs" o "SEM"). El uso de TEMs o SEMs es muy conocido para aquellos expertos en la materia. Generalmente, la microscopía óptica está limitada, por la longitud de onda de la luz, a resoluciones en el intervalo de cien, y normalmente cientos, de nanómetros. Los TEMs y SEMs no tienen esta limitación y son capaces de obtener una resolución considerablemente mayor, en el intervalo de algunos nanómetros. Un microscopio óptico usa lente óptica para enfocar ondas de luz flexionándolas, mientras que un microscopio electrónico usa lentes electromagnéticas

para enfocar haces de electrones flexionándolos. Los haces de electrones proporcionan grandes ventajas con respecto a los haces de luz tanto en el control de los niveles de aumentos como en la claridad de la imagen que puede producirse. Los microscopios electrónicos de barrido complementan a los microscopios electrónicos de transmisión porque proporcionan una herramienta para obtener la imagen tridimensional de la superficie de una muestra.

Los sólidos amorfos (es decir, no cristalinos) presentan diferencias en sus homólogos cristalinos con una composición similar, y tales diferencias pueden dar propiedades beneficiosas. Por ejemplo, tales diferencias pueden incluir una o más de las siguientes: (i) los sólidos no cristalinos no difractan los rayos X a ángulos agudos definidos, pero en su lugar pueden producir un halo de dispersión ancha; (ii) los sólidos no cristalinos no tienen estequiometría bien definida, así pueden cubrir una amplia gama de composiciones químicas; (iii) la variabilidad de la composición química incluye la posibilidad de incorporación de constituyentes iónicos distintos de iones aluminio y fosfato; (iv) como los sólidos amorfos son termodinámicamente metaestables, pueden demostrar una tendencia a experimentar cambios morfológicos, químicos y estructurales espontáneos; y (v) la composición química de la superficie de la partícula cristalina es altamente uniforme, mientras que la composición química de la superficie de partículas amorfas puede mostrar diferencias grandes o pequeñas, tanto bruscas como graduales. Además, mientras que las partículas de sólidos cristalinos tienden a crecer por el muy conocido mecanismo de maduración de Ostwald, las partículas no cristalinas pueden expandirse o hincharse y encogerse (deshincharse) por la absorción y desorción de agua, formando un material plástico tipo gel que es fácilmente deformado cuando se somete a fuerzas de cizallamiento, compresión o capilares.

Proceso de preparación de fosfato de aluminio amorfo

En un aspecto, en el presente documento se proporciona un proceso sintético que produce fosfatos de aluminio no cristalinos con propiedades únicas. El proceso se describe en las siguientes etapas generales. En una realización, las etapas en el proceso incluyen: preparación de los principales reactivos usados en el proceso, tales como solución de ácido fosfórico, hidróxido de aluminio hidratado sólido y solución de aluminato de sodio; adición de los reactivos a un reactor equipado con un sistema de agitación para mantener la homogeneidad de la mezcla durante el proceso; control, durante la adición de los reactivos en el reactor, de la temperatura y pH de la mezcla y el tiempo de reacción; filtración de la suspensión; lavado de las impurezas presentes en la torta de filtración; dispersión de la torta lavada en un dispersador adecuado; secado de la pulpa dispersa en una turbosecadora o secadora por pulverización; micronización del producto secado a una granulometría promedio de 1,0 a 10 micrómetros; y polimerización del producto secado por tratamiento térmico del fosfato de aluminio en un calcinador. En ciertas realizaciones, el proceso comprende una etapa de premezcla 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 en pigmentos puede prepararse y usarse como una pulpa en suspensión (dispersión de alto contenido de sólidos, que circula bajo la acción de la gravedad o bombas de baja presión) con 20-60 % o más de no volátiles en peso; como fosfato de aluminio secado y micronizado con aproximadamente 10-30 %, en ciertas realizaciones, 10, 12, 15, 17, 20, 25 o 30 % de humedad; y también en la forma polimérica como polifosfato de aluminio calcinado y micronizado.

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

En ciertas realizaciones, el proceso según la reivindicación 1 comprende hacer reaccionar ácido fosfórico, hidróxido de aluminio y aluminato de sodio.

En una realización, el proceso según la reivindicación 1 comprende hacer reaccionar 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 un fosfato de aluminio soluble en agua. En ciertas realizaciones, el pH del fosfato de aluminio soluble en agua es inferior a aproximadamente 3,5. En ciertas realizaciones, el pH es aproximadamente 3, 2,5, 2, 1,5 o 1. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio se produce como una dispersión sólido-líquido fina a un pH más alto. En una realización, el pH es aproximadamente 3, 4, 5 o 6.

En una segunda etapa, la solución o dispersión acuosa ácida de fosfato de aluminio de la primera etapa química se hace reaccionar con un aluminato de sodio. En ciertas realizaciones, el aluminato de sodio se usa como solución acuosa a un pH superior a aproximadamente 10. En una realización, el pH de la solución acuosa de aluminato de sodio es aproximadamente 11, 12 o 13. En una realización, el pH de la solución acuosa aluminato de sodio es mayor de aproximadamente 12. Se genera fosfato de aluminio y sodio como un 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. 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, pueden obtenerse moléculas con otras relaciones de formulación por el mismo procedimiento.

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

En ciertas realizaciones, el reactor para realizar la segunda etapa de la reacción, es decir, la reacción de una solución o dispersión acuosa ácida de fosfato de aluminio de la primera etapa química con aluminato de sodio, tiene un rendimiento de mezcla y de tensión de cizallamiento muy alto para mezclar los reactantes y para generar un precipitado sólido con la distribución del tamaño de partícula deseada. En ciertas realizaciones, las propiedades de dispersión del reactor podrían ajustarse para los requisitos del proceso de secado por pulverización.

En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo comprende además un ión, tal como ión sodio, potasio o litio. En una realización, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo comprende además sodio. En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo se caracteriza por una densidad esquelética de entre 1,95 y 2,50 gramos por centímetro cúbico. En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo se caracteriza por una densidad esquelética de aproximadamente 1,95, 2,00, 2,10, 2,20, 2,30, 2,40 o 2,50 gramos por centímetro cúbico. En cierta realización, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una relación molar de fósforo con respecto a aluminio de superior a 0,8 a 1,3. En cierta realización, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una relación molar de fósforo con respecto a aluminio de superior a 0,9 a 1,3. En cierta realización, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una relación molar de sodio con respecto a aluminio de aproximadamente 0,6 a 1,4. En cierta realización, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una relación molar de sodio con respecto a aluminio de 0,6, 0,7, 0,76, 0,8, 0,9, 1,0, 1,1, 1,2 o 1,3. El fosfato o polifosfato de aluminio puede estar en una forma de suspensión. En una realización, la suspensión comprende aproximadamente 30 %, 35 %, 40 %, 45 %, 50 %, 55 % o 60 % de contenido de no volátiles en peso (ASTM D280). En una realización, el fosfato o polifosfato de aluminio está en una forma de polvo y, por ejemplo, tiene de uno a cuatro huecos por partícula de polvo de fosfato o polifosfato de aluminio amorfo. La forma de polvo del producto puede comprender un tamaño del radio de partícula individual promedio de entre 10 y 40 nanómetros. En un aspecto la forma de polvo del producto puede comprender un tamaño del radio de partícula individual promedio de entre 10 y 30 o 10 y 20 nanómetros.

La solución de aluminato de sodio para su uso en el proceso proporcionado en el presente documento puede obtenerse por métodos conocidos para aquellos expertos en la materia. En una realización, la solución de aluminato de sodio es un producto químico estándar resultante de la primera etapa en el proceso de Bayer en la extracción de alúmina (Al_2O_3) de mineral de bauxita, frecuentemente llamada "solución rica en sodio purificada". Esta solución acuosa líquida de aluminato de sodio se satura a temperatura ambiente y se estabiliza con hidróxido sódico, NaOH . Sus composiciones típicas son: aluminato de sodio, 58 al 65 % en masa (25 al 28 % en masa de Al_2O_3) e hidróxido sódico, 3,5 al 5,5 % en masa (2,5 al 4 % en masa de Na_2O libre). En ciertas realizaciones, tiene una relación molar Na/Al de aproximadamente 1,10 a 2,20 y bajas impurezas (dependiendo del origen de la bauxita: Fe = 40 ppm, metales pesados = 20 ppm, y pequeña cantidad de aniones, Cl^- y SO_4^{2-}). En ciertas realizaciones, la solución acuosa de aluminato de sodio tiene una relación molar Na/Al de aproximadamente 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. El color de la solución, en ciertas realizaciones, es ámbar. En ciertas realizaciones, la viscosidad de la solución es aproximadamente 100 cP. En ciertos aspectos, la solución de aluminato de sodio se purifica por filtración de refinamiento. En ciertas realizaciones, la solución de aluminato de sodio se regenera a partir de hidróxido de aluminio sólido e hidróxido sódico.

El hidróxido de aluminio hidratado sólido se obtiene por métodos conocidos para un experto en la materia. En una realización, el hidróxido de aluminio es un producto químico industrial producido por el proceso de Bayer. El hidróxido de aluminio hidratado sólido puede obtenerse a partir de la "solución rica en sodio purificada" mediante precipitación, que se lleva a cabo mediante enfriamiento de la solución. En una realización, el aluminato de sodio así producido tiene un bajo nivel de impurezas y una cantidad variable de humedad (cationes aproximadamente 70 ppm, cloratos aproximadamente 0,85 % en masa y sulfatos aproximadamente 0,60 % en masa (estas impurezas se determinan por el nivel de purificación de la "solución rica en aluminato de sodio purificada") y el agua total, hidratación y humedad, aproximadamente 22,0 al 23,5 % en masa. En un aspecto, ambos materiales de partida son productos industriales primarios estándar, precisamente de la primera y segunda etapa del procesamiento de la bauxita, (productos) producidos en enormes cantidades por los procesadores de bauxita.

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

- En una realización, el lavado de la torta húmeda se realiza en el propio filtro y en dos a tres etapas de proceso. En el primer lavado ("lavado de desplazamiento") se elimina la mayor parte de la sustancia filtrada que está contaminando la torta. La etapa de lavado se realiza usando agua tratada sobre la torta a un caudal de 6,0 m³ de agua/tonelada de torta secada. Puede llevarse a cabo una segunda etapa de lavado, también con agua tratada y con un flujo de 8,0 m³ de agua/tonelada de torta secada, para reducir los contaminantes. Y, finalmente, puede llevarse a cabo una tercera etapa de lavado con agua para reducir adicionalmente los contaminantes. Finalmente, la torta puede soplar con aire comprimido durante un cierto periodo de tiempo. El producto húmedo debe presentar entre el 35 % y el 45 % de sólidos.
- A continuación, en esta realización particular, la dispersión de torta puede procesarse de tal forma que la torta de filtración, húmeda y lavada, se extraiga del filtro-prensa por una cinta transportadora y se transfiera a un reactor/dispersador.
- En ciertas realizaciones, la dispersión de la torta se ayuda mediante la adición de un agente dispersante, tal como una solución de polifosfato de sodio.
- En una realización, después de la etapa de dispersión, el producto se seca entonces, 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 eliminación de agua del material puede llevarse a cabo con equipo de secado, tal como un tipo "turbosecadora" mediante una inyección de una corriente de aire caliente, o una "secadora por pulverización" a una temperatura de 80 °C a 140 °C, a través de la muestra. La humedad final del producto debe mantenerse preferencialmente en el intervalo del 10 % al 20 % de agua.
- En ciertas realizaciones, la siguiente etapa del proceso incluye la calcinación del producto. En esta etapa, los iones ortofosfato del fosfato de aluminio seco se someten a condensación dando iones polifosfato (difosfato, trifosfato, tetrafosfato, n-fosfato en la que "n" puede ser cualquier número entero superior a 1, en ciertas realizaciones, n es mayor o igual a 4). En una realización, n es mayor o igual a 10. En otra realización, n es mayor 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 tipo secadora por pulverización, en un intervalo de temperatura de 500 °C a 600 °C. Después de la polimerización, el producto puede enfriarse rápidamente y enviarse a la unidad de micronización. En este momento, puede llevarse a cabo la etapa de micronización del producto. Finalmente, el producto resultante que abandona la secadora (o el calcinador) se transfiere a la unidad de molienda y acabado, se muele en un micronizador/clasificador, y su granulometría se mantiene en el intervalo del 99,5 % por debajo de 400 de malla.
- El fosfato de aluminio o el polifosfato de aluminio, después del tratamiento térmico, puede aplicarse como pigmento blanco en la formulación de pinturas domésticas, basadas en agua, debido a su propiedad de auto-opacificación en látex, PVA y películas acrílicas, debido a la formación de partículas con estructuras huecas con alta capacidad de dispersión de la luz, durante el proceso de secado de la pintura.
- Cuando una dispersión de tales partículas se seca bajo aire a temperatura ambiente o hasta 120 °C, se forman partículas de tamaño nanométrico que tienen una estructura de núcleo y envuelta. Las partículas de tamaño nanométrico muestran una coalescencia parcial en los agregados de tamaño micrométrico con formas irregulares. Tales partículas pueden observarse por microscopía electrónica analítica. Además, estas partículas contienen muchos huecos dispersos como poros cerrados en su interior. Los núcleos de las partículas son más plásticos que las envueltas respectivas de las partículas. Este fenómeno se demuestra por el crecimiento de los huecos tras el calentamiento, mientras que el perímetro de las envueltas sigue esencialmente inalterado.
- Las partículas de fosfato de aluminio descritas en el presente 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 se secan entre 40 °C y 130 °C. En otra realización, las partículas se secan entre 60 °C y 130 °C. En ciertas realizaciones, las partículas se secan entre 80 °C y 120 °C. Además, las partículas de fosfato de aluminio tienen una estructura de núcleo y envuelta. En otras palabras, estas partículas tienen envueltas químicamente diferentes de sus núcleos. Esta propiedad se demuestra por varias observaciones diferentes. Primera, las imágenes de energía filtrada de electrones inelásticos de las partículas en la región de plasmones (10-40 eV), como se mide por un microscopio electrónico de transmisión, muestran líneas brillantes que rodean a la mayoría de las partículas. Las mediciones de nanoindentación realizadas en el microscopio de fuerza pulsada digital (DPFM) muestran que las superficies de la partícula son más rígidas que el interior de la partícula.
- En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio en pigmentos puede prepararse y usarse como una pulpa en suspensión (dispersión de alto contenido de sólidos, que circula bajo la acción de gravedad o bombas de baja presión) con 20-60 % o más de no volátiles en peso.
- En ciertas realizaciones, en el presente documento se proporciona una suspensión que comprende partículas de fosfato de aluminio y un agente dispersante. En ciertas realizaciones, el agente dispersante es una sal de polifosfato,

tal como polifosfato de sodio, un copolímero de poliéter/polisiloxano o una combinación de los mismos. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende de aproximadamente el 25 % hasta aproximadamente el 70 % de no volátiles en peso medido según ASTM D280. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende de aproximadamente el 40 % hasta aproximadamente el 60 % de no volátiles en peso. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende aproximadamente el 20, 30, 40, 45, 50, 55, 60 % o más de sólidos no volátiles en peso. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende aproximadamente el 50 % de no volátiles en peso.

En ciertas realizaciones, la suspensión comprende aproximadamente el 25 % hasta aproximadamente el 70 % de fosfato de aluminio en peso. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende aproximadamente el 40 % hasta aproximadamente el 60 % de fosfato de aluminio en peso. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende el 20, 30, 40, 45, 50, 55, 60 % o más de fosfato de aluminio en peso. En ciertas realizaciones, la suspensión comprende aproximadamente el 50 % de fosfato de aluminio en peso.

En ciertas realizaciones, la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento tiene una viscosidad que oscila de aproximadamente 50 cPs hasta aproximadamente 150 cPs. En ciertas realizaciones, la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento tiene una viscosidad que oscila de aproximadamente 55 cPs hasta aproximadamente 120 cPs. En ciertas realizaciones, la suspensión de fosfato de aluminio proporcionada en el presente documento tiene una viscosidad de aproximadamente 50 cPs, 70 cPs, 80 cPs, 90 cPs, 100 cPs, 110 cPs o aproximadamente 120 cPs.

En ciertas realizaciones, el tamaño de partícula de los pigmentos de fosfato de aluminio está controlado para maximizar la dispersión de la luz. En ciertas realizaciones, la determinación del tamaño de partícula se hace por dispersión de la luz estática en un instrumento Cilas modelo 1064. En ciertas realizaciones, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo se caracteriza por una distribución del tamaño de partícula entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 5 micrómetros. En una realización, el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo se caracteriza por una distribución del tamaño de partícula entre aproximadamente 0,2 y aproximadamente 0,6 micrómetros, aproximadamente 0,6 y aproximadamente 1,0 micrómetro, aproximadamente 1,0 y aproximadamente 1,5 micrómetros, aproximadamente 1,0 y aproximadamente 3,0 micrómetros o aproximadamente 1,60 y aproximadamente 3,82 micrómetros. En ciertas realizaciones, el fosfato de aluminio en el presente documento se proporciona micronizado en un molino de martillos al tamaño de partícula dentro de 3 micrómetros (d10) y 19 micrómetros (d90). En una realización, el tamaño de partícula para muestras sonicadas altamente diluidas es 0,1 micrómetros, en un instrumento de dispersión de luz dinámica (Brookhaven ZetaPlus).

Las partículas de fosfato de aluminio, como se preparan según el proceso descrito en el presente documento, pueden dispersarse en látex en presencia de sólidos cristalinos en partículas. Si una película se cuele usando esta dispersión, se producen películas altamente opacas. En ciertas realizaciones, las películas altamente opacas pueden producirse en el caso de monocapas delgadas de partículas. Se obtiene evidencia experimental para la opacidad de películas usando fosfato de aluminio amorfo como sustitución del dióxido de titanio (es decir, TiO_2). El dióxido de titanio es el pigmento blanco estándar actual usado por casi todos los fabricantes implicados en las formulaciones de pinturas al látex. Se preparó una pintura al látex de estireno-acrílico estándar usando una carga habitual de dióxido de titanio y se comparó con una pintura en la que el cincuenta por ciento de la carga de dióxido de titanio se sustituyó por fosfato de aluminio amorfo. Esta comparación se hizo en dos laboratorios de ensayo de pinturas diferentes. Las mediciones ópticas tomadas de las películas sacadas usando las dos pinturas demuestran que el fosfato de aluminio puede sustituir a las partículas productoras de dióxido de titanio mientras que se preservan las propiedades ópticas de la película.

El fosfato de aluminio descrito en el presente documento tiene tamaño de partícula relativamente pequeño. Tales 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 con ellas mismas, creando así agrupaciones que son sitios para la extensa formación de huecos cuando se seca la pintura. El presente fosfato de aluminio muestra esta tendencia a formar huecos cerrados, o partículas huecas, a un grado que no ha sido previamente observado para fosfatos, polifosfatos de aluminio o cualquier otra partícula. En algunas realizaciones, las partículas de fosfato o polifosfato de aluminio están sustancialmente libres de poros abiertos, mientras que contienen varios poros cerrados. Como resultado, en tales realizaciones, el volumen de macroporos es sustancialmente inferior a 0,1 cc/gramo.

La opacificación de las películas de pintura basadas en agua usando fosfato de aluminio en algunas realizaciones implica características únicas. La película de recubrimiento húmeda es una dispersión de polímero viscosa, fosfato de aluminio, dióxido de titanio y partículas de carga. Cuando esta dispersión se cuele como una película y se seca, se comporta de forma diferente de una pintura estándar (por debajo de la concentración de volumen de pigmento crítica, CPVC). En una pintura estándar, la resina de baja temperatura de transición vítrea (T_g) es plástica a temperatura ambiente y coalesce, de manera que la película de resina llena los poros y huecos. Una pintura formulada con fosfato de aluminio, sin embargo, puede presentar un comportamiento diferente. Se forman los poros cerrados, como se describe en el presente documento, y contribuyen al poder cubriente de la película.

El fosfato de aluminio o polifosfato de aluminio, usado como pigmento blanco, pueden sustituir al dióxido de titanio en dispersiones en medio acuoso, tales como emulsión polimérica de látex. En una realización, la relación molar de fósforo:aluminio del fosfato de aluminio está en el intervalo de entre 0,8 y 1,3. En otra realización, la relación molar de fósforo:aluminio del fosfato de aluminio está en el intervalo de entre 0,8 y 1,2. En una realización, la relación molar de fósforo:aluminio del fosfato de aluminio está en el intervalo de entre 1,0 y 1,2.

Pueden formularse diversas pinturas usando el fosfato o polifosfato de aluminio preparado según diversas realizaciones en el presente documento como un pigmento, solo o en combinación con otro pigmento, tal como dióxido de titanio. Una pintura comprende uno o más pigmentos y uno o más polímeros como ligante (algunas veces denominado "polímero de unión"), y opcionalmente diversos aditivos. Hay pinturas de base agua y pinturas no de base agua. Generalmente, una composición de pintura de base agua está compuesta por cuatro componentes básicos: ligante, vehículo acuoso, pigmento(s) y aditivo(s). El ligante es un material resinoso no volátil que se dispersa en el vehículo acuoso para formar un látex. Cuando el vehículo acuoso se evapora, el ligante forma una película de pintura que se une junto con las partículas de pigmento y otros componentes no volátiles de la composición de pintura de base agua. Las composiciones de pintura de base agua pueden formularse según los métodos y componentes desvelados en la patente de EE.UU. N.º 6.646.058, con o sin modificaciones. La divulgación de tal patente se incorpora por referencia en su totalidad en el presente documento. El fosfato o polifosfato de aluminio preparado según diversas realizaciones en el presente documento puede usarse para formular pinturas de base agua como pigmento, solo o en combinación con dióxido de titanio.

Una pintura común es una pintura al látex que comprende un polímero de unión, un pigmento cubriente, y opcionalmente un espesante y otros aditivos. Nuevamente, el fosfato o polifosfato de aluminio preparado según diversas realizaciones descritas en el presente documento puede usarse para formular pinturas al látex como un pigmento, solo o en combinación con dióxido de titanio. Otros componentes para la preparación de una pintura al látex se desvelan en las patentes de EE.UU. N.º 6.881.782 y N.º 4.782.109, que se incorporan por referencia en el presente documento en su totalidad. A modo de ilustración, componentes y métodos adecuados de preparación de pinturas al látex se explican brevemente a continuación.

En algunas realizaciones, polímeros de unión adecuados incluyen monómeros etilénicamente insaturados copolimerizados en emulsión que incluyen 0,8 % al 6 % de acrilato o metacrilato de ácido graso tal como metacrilato de laurilo y/o metacrilato de estearilo. Basado en el peso de monómeros etilénicos copolimerizados, el ligante polimérico comprende 0,8 % al 6 % de metacrilato o acrilato de ácido graso donde composiciones preferidas contienen 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 usan metacrilato de laurilo y/o metacrilato de estearilo. En una realización, el metacrilato de laurilo es el monómero de elección. Otros metacrilatos de ácido graso útiles incluyen metacrilato de miristilo, metacrilato de decilo, metacrilato palmítico, metacrilato oleico, metacrilato de hexadecilo, metacrilato de cetilo y metacrilato de eicosilo, y metacrilato alifático de cadena lineal similar. Los metacrilatos o acrilatos de ácido graso normalmente comprenden aceites grasos comerciales co-reaccionados con ácido metacrílico o ácido acrílico para proporcionar principalmente el resto metacrilato de ácido graso dominante con cantidades menores de otros acrilatos o metacrilatos de ácido graso.

Los monómeros etilénicamente insaturados polimerizables contienen insaturación carbono a carbono e incluyen monómeros de vinilo, 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 vinilisopropilo y ésteres de vinilo similares; haluros de vinilo incluyen cloruro de vinilo, fluoruro de vinilo y cloruro de vinilideno; hidrocarburos aromáticos de vinilo incluyen estireno, metilestirenos y alquil inferior-estirenos similares, cloroestireno, viniltolueno, vinilnaftaleno y divinilbenceno; los monómeros de hidrocarburos alifáticos de vinilo incluyen alfa-olefinas tales como etileno, propileno, isobutileno y ciclohexeno, además de dienos conjugados tales como 1,3-butadieno, metil-2-butadieno, 1,3-piperileno, 2,3-dimetilbutadieno, isopreno, ciclohexano, ciclopentadieno y dicitlopentadieno. Vinil alquil éteres incluyen metil vinil éter, isopropil vinil éter, n-butil vinil éter e isobutil vinil éter. Monómeros acrílicos incluyen monómeros tales como ésteres de alquilo inferior de ácido acrílico o metacrílico que tienen una porción de éster de alquilo que contiene entre 1 y 12 átomos de carbono, además de derivados aromáticos de ácido acrílico y metacrílico. 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 butilfenilo, y cresil glicidil éteres reaccionados con ácidos acrílicos y metacrílicos, acrilatos y metacrilatos de hidroxialquilo tales como acrilatos y metacrilatos de hidroxietilo e hidroxipropilo, además de acrilatos y metacrilatos de amino. Los monómeros acrílicos pueden incluir cantidades muy pequeñas de ácidos acrílicos que incluyen ácido acrílico y metacrílico, ácido etacrílico, ácido alfa-cloroacrílico, ácido alfa-cianoacrílico, ácido crotónico, ácido beta-acriloxipropiónico y ácido beta-estirilacrílico, ácido piónico y ácido beta-estirilacrílico.

En otras realizaciones, polímeros útiles como componente (a), el "polímero de unión", de las pinturas al látex son productos de copolimerización de una mezcla de co-monómeros que comprenden monómeros seleccionados de

estireno, metilestireno, vinilo, o combinaciones de los mismos. En una realización, los co-monómeros comprenden al menos el 40 por ciento en moles de monómeros seleccionados de estireno, metilestireno, o combinaciones de los mismos, y al menos el 10 por ciento en moles de uno o más monómeros seleccionados de acrilatos, metacrilatos, y acrilonitrilo. En otra realización, los acrilatos y metacrilatos contienen de 4 a 16 átomos de carbono tales como, por ejemplo, acrilato de 2-etilhexilo y metacrilatos de metilo. Los monómeros pueden usarse 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 de unión comprende unidades interpolimerizadas derivadas de acrilato de 2-etilhexilo. En otra realización, el polímero de unión comprende unidades polimerizadas que comprenden del 50 al 70 por ciento en moles de unidades derivadas de estireno, metilestireno, o combinaciones de los mismos; 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 combinaciones de los mismos.

Ejemplos ilustrativos de polímeros de unión adecuados incluyen un copolímero cuyas unidades interpolimerizadas se derivan de aproximadamente el 49 por ciento en moles de estireno, el 11 por ciento en moles de alfa-metilestireno, el 22 por ciento en moles de acrilato de 2-etilhexilo y el 18 por ciento en moles de metacrilatos de metilo con una Tg de aproximadamente 45 °C (disponible como la emulsión de polímero Neocryl XA-6037 de ICI Americas, Inc., Bridgewater, N.J.); un copolímero cuyas unidades interpolimerizadas se derivan de aproximadamente el 51 por ciento en moles de estireno, el 12 por ciento en moles de α -metilestireno, el 17 por ciento en moles de acrilato de 2-etilhexilo y el 19 por ciento en moles de metacrilatos de metilo con una Tg de aproximadamente 44 °C (disponible como la emulsión de polímero Joncryl 537 de S.C. Johnson & Sons, Racine, Wis.); y un terpolímero cuyas unidades interpolimerizadas se derivan de aproximadamente el 54 por ciento en moles de estireno, el 23 por ciento en moles de acrilato de 2-etilhexilo y el 23 por ciento en moles de acrilonitrilo con una Tg de aproximadamente 44 °C (disponible como la emulsión de polímero Carboset.TM. XPD-1468 de B.F. Goodrich Co.). En una realización, el polímero de unión es Joncryl.TM. 537.

Como se ha descrito anteriormente, el fosfato o polifosfato de aluminio preparado según diversas realizaciones descritas en el presente documento puede usarse para formular pinturas al látex como pigmento, solo o en combinación con otro pigmento.

Pigmentos cubrientes adicionales adecuados incluyen pigmentos cubrientes opacificantes blancos y pigmentos orgánicos e inorgánicos coloreados. Ejemplos representativos de pigmentos cubrientes 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 mezclas de los mismos. En una realización, el pigmento cubriente orgánico blanco es dióxido de titanio de rutilo. En otra realización, el pigmento cubriente orgánico blanco es dióxido de titanio de rutilo que tiene un tamaño de partícula promedio entre aproximadamente 0,2 y 0,4 micrómetros. Ejemplos de pigmentos orgánicos coloreados son azul ftalo y amarillo hansa. Ejemplos de pigmentos inorgánicos coloreados son óxido de hierro rojo, óxido marrón, ocre y marrones oscuros.

La mayoría de las pinturas al látex conocidas contienen espesantes para modificar las propiedades reológicas de la pintura para garantizar la buena extensión, manipulación y características de aplicación. Espesantes adecuados incluyen un espesante no celulósico, en una realización, un espesante asociativo; en otra realización, un espesante asociativo de uretano.

Espesantes asociativos tales como, por ejemplo, copolímeros acrílicos hinchables en álcali hidrófobamente modificados y copolímeros de uretano hidrófobamente modificados confieren generalmente más reología newtoniana a las pinturas en emulsión en comparación con espesantes convencionales tales como, por ejemplo, espesantes celulósicos. Ejemplos representativos de espesantes asociativos adecuados incluyen ácidos poliacrílicos (disponibles, por ejemplo, de Rohm & Haas Co., Philadelphia, Pa., como Acrysol RM-825 y QR-708 Rheology Modifier) y atapulgita activada (disponible de Engelhard, Iselin, N.J. como Attagel 40).

Las películas de pintura al látex se forman por coalescencia del polímero de unión para formar una matriz de unión a la temperatura ambiente de aplicación de la pintura para formar una película libre de adhesividad dura. Los disolventes de coalescencia ayudan en la coalescencia del ligante formador de película reduciendo la temperatura de formación de películas. Las pinturas al látex contienen preferentemente un disolvente de coalescencia. Ejemplos representativos de disolventes de coalescencia adecuados incluyen 2-fenoxietanol, éter butílico de dietilenglicol, ftalato de dibutilo, dietilenglicol, monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,1,3-pentanodiol, y combinaciones de los mismos. En una realización, el disolvente de coalescencia es éter butílico de dietilenglicol (butilcarbitol) (disponible de Sigma-Aldrich, Milwaukee, Wis.) o monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,1,3-pentanodiol (disponible de Eastman Chemical Co., Kingsport, Tenn., como Texanol), o combinaciones de los mismos.

El disolvente de coalescencia se utiliza preferentemente a un nivel entre aproximadamente 12 a 60 gramos o aproximadamente 40 gramos de disolvente de coalescencia por litro de pintura al látex o a aproximadamente del 20 al 30 por ciento en peso basado en el peso de los sólidos de polímero en la pintura.

Las pinturas formuladas según diversas realizaciones proporcionadas en el presente documento pueden comprender además materiales convencionales usados en pinturas tales como, por ejemplo, plastificante, agente antiespumante, extendedor de pigmentos, ajustador del pH, color de tintado y biocida. Tales componentes típicos se enumeran, por ejemplo, en TECHNOLOGY OF PAINTS, VARNISHES AND LACQUERS, editado por C. R. Martens, R.E. Kreiger Publishing Co., p. 515 (1974).

Las pinturas se formulan comúnmente con "extendedores funcionales" para aumentar la cobertura, reducir el coste, lograr la durabilidad, alterar el aspecto, controlar la reología e influir en otras propiedades deseables. Ejemplos de extendedores funcionales incluyen, por ejemplo, sulfato de bario, carbonato cálcico, arcilla, yeso, sílice y talco.

Los extendedores funcionales más comunes para pinturas lisas interiores son arcillas. Las arcillas tienen varias propiedades que las hacen deseables. Las arcillas calcinadas económicas, por ejemplo, son útiles en controlar la viscosidad de bajo cizallamiento y tienen una gran área superficial interna, que contribuye a "cubrición seca". Pero este área superficial también está disponible para atrapar manchas.

Debido a su tendencia a absorber manchas, es preferible que las arcillas calcinadas se usen en las pinturas solo en las pequeñas cantidades requeridas para el control de la reología, por ejemplo, normalmente como menos de aproximadamente la mitad del pigmento de extendedor total, o no se usen en absoluto. Extendedores a modo de ejemplo para su uso en las pinturas descritas en el presente documento son carbonatos cálcicos; que en ciertas realizaciones son carbonatos cálcicos molidos ultra-finos tales como, por ejemplo, Opacimite (disponible de ECC International, Sylacauga, Ala.), Supermite (disponible de Imerys, Roswell, Ga.), u otros que tienen tamaño de partícula de aproximadamente 1,0 a 1,2 micrómetros. El carbonato cálcico ultra-fino ayuda a separar el dióxido de titanio óptimamente para la cubrición (véase, por ejemplo, K. A. Haagensohn, "The effect of extender particle size on the hiding properties of an interior latex flat paint", American Paint & Coatings Journal, Apr. 4, 1988, pp. 89-94).

Las pinturas al látex formuladas según diversas realizaciones descritas en el presente documento pueden prepararse utilizando técnicas convencionales. Por ejemplo, algunos de los componentes de pintura se combinan generalmente juntos bajo alto cizallamiento para formar una mezcla comúnmente denominada "la molienda" por los formuladores de pinturas. La consistencia de esta mezcla es comparable a la del barro, que se desea con el fin de dispersar eficazmente los componentes con un agitador de alto cizallamiento. Durante la preparación de la molienda, se usa energía de alto cizallamiento para romper las partículas de pigmento aglomeradas.

Los componentes no incluidos en la molienda se denominan comúnmente "la dilución". La dilución es normalmente mucho menos viscosa que la molienda, y normalmente se usa para diluir la molienda para obtener una pintura final con la consistencia apropiada. La mezcla final de la molienda con la dilución normalmente se lleva a cabo con mezcla de bajo cizallamiento.

La mayoría de los látex de polímero no son estables al cizallamiento y, por tanto, no se usan como componente de la molienda. La incorporación de látex inestables al cizallamiento en la molienda puede producir la coagulación del látex, dando una pintura grumosa con ninguna, o poca, capacidad de formación de películas. Por consiguiente, las pinturas se preparan generalmente añadiendo el polímero de látex en la dilución. Sin embargo, algunas pinturas formuladas según diversas realizaciones descritas en el presente documento contienen polímeros de látex que son generalmente estables al cizallamiento. Por tanto, las pinturas al látex pueden prepararse incorporando algunos o todos del polímero de látex en la molienda. En una realización, al menos alguno del polímero de látex se pone en la molienda.

Ejemplos de posibles formas del proceso se describen a continuación. De nuevo, un experto en la materia reconocerá variantes que pueden utilizarse en la realización del novedoso proceso descrito en el presente documento. Los siguientes ejemplos se presentan para ejemplificar realizaciones de la invención. Todos los valores numéricos son aproximados. Cuando se dan intervalos numéricos, debe entenderse que las realizaciones fuera de los intervalos establecidos pueden todavía entrar dentro del alcance de la invención. Detalles específicos descritos en cada ejemplo no deben interpretarse como características necesarias de la invención.

Ejemplo 1

Preparación de polvo de fosfato de aluminio

Se hicieron reaccionar 791 g de ácido fosfórico (81,9 % en peso de H_3PO_4 o 59,3 % en peso de P_2O_5) con 189 g de hidróxido de aluminio hidratado (85,3 % en peso de $\text{Al}(\text{OH})_3$ 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 ácida de un fosfato de aluminio. En la segunda etapa, se añadieron 1155 g de solución de aluminato de sodio purificada comercial (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) simultáneamente con solución ácida de un fosfato de aluminio a un recipiente con agitación cargado con 1500 g de agua a temperatura ambiente.

El pH de la reacción final fue 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 líquido de reacción, formando una torta que se lavó con agua una vez (1000 g de agua de lavado) dando una torta húmeda blanca (3300 g) con 27,0 % en peso de contenido de no volátiles (902 g en base seca según ASTM D 280) y pH 7,3. La suspensión se secó por pulverización dando 1090 g de polvo de fosfato de aluminio (aprox. el 83 % en peso de contenido de no volátiles).

Ejemplo 2

Preparación de suspensión de fosfato de aluminio

Se añadieron 10,0 g de agua a un vaso de precipitados de 250 ml. Mientras que se mezclaba a 800 rpm (Cowles), se añadieron aproximadamente 1,34 g (1 % del contenido de no volátiles) de polifosfato de sodio. Después de 5 min, se añadieron lentamente 150,0 g de suspensión de fosfato de aluminio (30 % de no volátiles) (25 g/min). Después de otros 5 min, la velocidad del agitador se aumentó a 1800 rpm y se añadieron lentamente 109,0 g de polvo de fosfato de aluminio (80 % de no volátiles) (10 g/min). Después de la adición del polvo, la suspensión se mantuvo con agitación a 1800 rpm durante 20 min.

Ejemplo 3

Preparación de suspensión de fosfato de aluminio

Se añadieron 72,0 g de agua a un vaso de precipitados de 250 ml. Mientras que se mezclaba a 800 rpm (Cowles), se añadieron aproximadamente 0,96 g (1 % del contenido de no volátiles) de polifosfato de sodio. Después de 5 min, la velocidad del agitador se aumentó a 1800 rpm y se añadieron lentamente 122,0 g de polvo de fosfato de aluminio (80 % de no volátiles) (10 g/min). Después de la adición del polvo, la suspensión se mantuvo a 1800 rpm durante 20 min.

Ejemplo 4

Preparación de suspensión de fosfato de aluminio

Se añadieron 72,0 g de agua a un vaso de precipitados de 250 ml. Mientras que se mezclaba a 800 rpm (Cowles), se añadieron aproximadamente 0,96 g (1 % del contenido de no volátiles) de polifosfato de sodio. Después de 5 min, la velocidad del agitador se aumentó a 1800 rpm y se añadieron lentamente 122,0 g de polvo de fosfato de aluminio preparado según el Ejemplo 1 usando secadora por pulverización (80 % de no volátiles) (10 g/min). Después de la adición del polvo, la suspensión se mantuvo a 1800 rpm durante 20 min.

Ejemplo 5

Proceso de secado para la suspensión de fosfato de aluminio

Se alimentó una suspensión de fosfato de aluminio que contenía 27 % de contenido de no volátiles, pH igual a 7,5 y viscosidad 114 cP a 129 s⁻¹ en una secadora por pulverización usando las condiciones de operación:

Caudal de entrada de suspensión: 1 l.h⁻¹;

Flujo de aire soplado: 50 ml.min⁻¹;

Columna calentada a 120 °C; y

Anchura de la boquilla: 1 mm.

El contenido de no volátiles en polvo seco final fue de aprox. el 83 % (ASTM D280).

Resultados de los Ejemplos 2-4

El contenido de no volátiles y la viscosidad a 129,1 s⁻¹ (24 h después de preparación) de las suspensiones obtenidas se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1. Contenido de no volátiles y viscosidad a 129,1 s⁻¹ (24 h después de la preparación) de diferentes suspensiones.

Suspensión preparada según el	No volátiles (%)	Viscosidad (cPs)
Ejemplo 2	51,5	701
Ejemplo 3	50,3	1103
Ejemplo 4	49,5	660

Se midió el contenido de no volátiles según ASTM D280: Las muestras se secaron a 110 °C durante 2 h. La viscosidad se midió con un viscosímetro Contraves Rheotherm, velocidad de cizallamiento a 129,1 s⁻¹

Se usó suspensión al 50 % de contenido de no volátiles para formular pintura donde el 50 % de TiO_2 se sustituyó con fosfato de aluminio. A continuación se proporcionan las propiedades de aplicación de la pintura preparada usando suspensión al 50 % de contenido de no volátiles:

Descripción	
Hegman	5H
Viscosidad de Stormer	98 KU
pH	9,10
Opacidad	91,37 %
Blancura	75,94 %
Amarilleamiento	4,17 %

5 Como se ha mencionado, una pintura de base agua de dióxido de titanio básica está constituida por una dispersión de látex adecuada y partículas de pigmento. Las partículas de pigmento son responsables de hacer una película de coalescencia rellena de las partículas pigmentadas, y el pigmento es responsable de la potencia cubriente de la película. También se usan muchos aditivos, tales como: cargas inorgánicas, que disminuyen los requisitos de resina y pigmento; agentes de coalescencia, que mejoran la formación de películas de resina; dispersantes y modificadores reológicos, que previenen el endurecimiento del pigmento y la carga y así mejoran la estabilidad en almacén de la pintura junto con las propiedades reológicas de la pintura.

10 En una película seca de pintura típica, el pigmento y las partículas de carga se dispersan en la película de resina. La potencia cubriente es ampliamente dependiente de los índices de refracción y los tamaños de las partículas. Como se ha mencionado, el dióxido de titanio es actualmente el pigmento blanco estándar debido a su gran índice de refracción y a la ausencia de absorción de luz en la región visible. Una película seca de una pintura formulada con el novedoso fosfato de aluminio en algunas realizaciones tiene varias diferencias de la película seca de pintura típica. Primero, la película con el fosfato de aluminio no es solo una película de resina. Está formada más bien por resina y fosfato de aluminio enredados. Así, una película de nanocompuesto que combina dos fases interpenetrantes con diferentes propiedades para lograr beneficios sinérgicos, referente a las propiedades mecánicas de la película y la resistencia al agua y a otros agentes agresivos. Segundo, la buena potencia cubriente de la película se obtiene a contenidos de dióxido de titanio más bajos, debido a que la película contiene una gran cantidad de poros cerrados que dispensan la luz. Además, si una partícula de dióxido de titanio está adyacente a uno de estos huecos, dispersará mucha más que si está completamente rodeada por resina, debido al mayor gradiente del índice de refracción. Esto crea una sinergia entre el fosfato de aluminio novedoso y el dióxido de titanio, en lo que se refiere a la potencia cubriente.

15 En pruebas que comparan una película seca de pintura estándar con una película con fosfato de aluminio, se eligió una formulación del mercado estándar de una pintura acrílica semi-mate y se sustituyó progresivamente el dióxido de titanio con el producto de fosfato de aluminio descrito en el presente documento. Se ajustaron el contenido de agua y otros componentes de pintura según se requiriera. Varias de las modificaciones en la fórmula en esta realización están relacionadas con un uso reducido de espesante/modificador de la reología, dispersante, resina acrílica y agente de coalescencia.

20 La realización preferida del proceso desvelado en el presente documento solo tiene dos etapas químicas de los materiales de partida primarios y dependiendo de la composición química final del fosfato de aluminio, podría realizarse por solo una etapa química. En ciertas realizaciones, el consumo de agua sería significativamente reducido debido a que esta vía química usa una pequeña cantidad de agua de proceso. Por tanto, esta nueva vía química no genera efluentes, o ningún subproducto químico.

25 Además, el producto y proceso proporcionados en el presente documento también puede estar libre de problemas de corrosión asociados a algunos fosfatos de aluminio encontrados en el mercado y usados en la transformación de óxidos de hierro en fosfato de hierro. Además, la no estequiometría junto con la relativa no cristalinidad (ambos en forma de suspensión y de polvo) y el contenido de agua cuidadosamente controlado del polvo seco permiten el fácil control del hinchamiento, que es beneficioso para su rendimiento. Las partículas de tamaño nanométrico se dispersan fácilmente y son estables a la sedimentación, que permite dispersiones de pintura uniformes. Por tanto, las nanopartículas pueden ser fuertemente compatibles con partículas de látex, por los mecanismos de adhesión capilar (en la etapa de secado de la dispersión), seguido de adhesión electrostática mediada por agrupaciones de iones (en la película seca) - pueden formarse redes bicontinuas, en muchos casos. Finalmente, el producto también es fuertemente compatible con muchos otros sólidos en partículas comúnmente usados como cargas de pinturas, tales como los diversos silicatos, carbonatos y óxidos encontrados en dispersiones basadas en agua formuladas, que pueden contribuir a la cohesión y fuerza de la película seca de pintura.

30 En ciertas realizaciones, la ventaja de esta vía química incluye la reducción de materiales de partida, el uso de productos, la reducción de etapas químicas y la eliminación de efluentes y residuos, la eliminación del subproducto de sulfato de aluminio, reducción del tratamiento de agua residual, la posible eliminación de la separación sólido-líquido y la eliminación de lavado del sólido.

Además, la reacción en la segunda etapa química y la etapa de dispersión (formación de la suspensión) podrían realizarse en solo una unidad de proceso, con la posibilidad de ajustar la distribución del tamaño de partícula en el reactor durante la formación del fosfato de aluminio controlando la tensión de cizallamiento de los reactantes durante la precipitación, para conseguir directamente la suspensión final de fosfato de aluminio.

5 Por tanto, la composición de la suspensión para el proceso de secado por pulverización podría ajustarse directamente a partir del reactor para obtener la viscosidad especificada, distribución del tamaño de partícula y polvo de rápida re-disolución.

10 Como se demuestra anteriormente, las realizaciones descritas en el presente documento proporcionan un método de preparación de una dispersión que comprende fosfato de aluminio amorfo según la reivindicación 1. También se proporciona una suspensión de fosfato de aluminio que comprende aproximadamente 20-60 % de no volátiles como se define en la reivindicación 3.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso de preparación de una dispersión que comprende fosfato o polifosfato de aluminio amorfo, comprendiendo el proceso hacer reaccionar ácido fosfórico, hidróxido de aluminio y aluminato de sodio; o hacer reaccionar fosfato de aluminio y aluminato de sodio.
2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el aluminato de sodio se usa en forma de una solución acuosa a pH superior a 12.
3. Una suspensión que comprende 20-60 % de fosfato o polifosfato de aluminio amorfo en peso medido según ASTM D280 y un agente dispersante seleccionado de polifosfato de sodio, copolímero de poliéter y polisiloxano, o una combinación de los mismos, y en la que la suspensión tiene una viscosidad que oscila de 50 cPs a 150 cPs.
4. La suspensión de la reivindicación 3, en la que el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una densidad esquelética de entre 1,95 y 2,50 gramos por centímetro cúbico y una relación molar de fósforo con respecto a aluminio de 1.
5. La suspensión de cualquiera de las reivindicaciones 3-4, en la que el fosfato de aluminio amorfo comprende 1 a 4 huecos por partícula de polvo de fosfato o polifosfato de aluminio amorfo.
6. La suspensión de la reivindicación 3, en la que el agente dispersante es polifosfato de sodio.
7. La suspensión de la reivindicación 3, en la que la suspensión comprende 50 % de fosfato de aluminio amorfo en peso.
8. La suspensión de la reivindicación 3, en la que el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una distribución del tamaño de partícula entre 0,1 y 5 micrómetros.
9. Una dispersión que comprende partículas de fosfato o de polifosfato de aluminio amorfo que tienen una distribución del tamaño de partícula entre 0,1 y 5 micrómetros.
10. La dispersión de la reivindicación 9, en la que el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una distribución del tamaño de partícula entre 0,2 y 0,6 micrómetros, entre 0,6 y 1,0 micrómetros, entre 1,0 y 1,5 micrómetros, entre 1,0 y 3,0 micrómetros, o entre 1,60 y 3,82 micrómetros.
11. La dispersión de la reivindicación 9, en la que el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo tiene una densidad esquelética de entre 1,95 y 2,50 gramos por centímetro cúbico y una relación molar de fósforo con respecto a aluminio de 1.
12. La dispersión de la reivindicación 9 o la suspensión de la reivindicación 3, en la que el fosfato o polifosfato de aluminio amorfo comprende además un ión, opcionalmente en la que el ión es sodio, potasio o litio.
13. El proceso de la reivindicación 1 que comprende la etapa de:
combinar ácido fosfórico con hidróxido de aluminio para producir una solución de fosfato de aluminio; y
añadir aluminato de sodio a la solución de fosfato de aluminio para formar una dispersión que comprende dispersa partículas de fosfato de aluminio amorfo.
14. El proceso de la reivindicación 13, en el que antes de la etapa de añadir aluminato de sodio, la solución de fosfato de aluminio tiene un pH inferior a aproximadamente 3,5.
15. El proceso de la reivindicación 14, en el que el aluminato de sodio se proporciona como una solución acuosa que tiene un pH superior a aproximadamente 10.
16. El proceso de la reivindicación 13, en la que las partículas de fosfato de aluminio amorfo están libres de poros abiertos mientras que contienen varios poros cerrados.