



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

**(21) PI 0720263-6 A2**



(22) Data de Depósito: 29/11/2007  
(43) Data da Publicação: 28/01/2014  
(RPI 2247)

**(51) Int.Cl.:**  
C08K 3/22  
C08K 9/02  
C09C 1/40  
D21H 19/38

**(54) Título:** MATERIAL HIDRATO DE ALUMINA  
TRATADO E SEUS USOS DO MESMO

**(57) Resumo:**

**(30) Prioridade Unionista:** 06/12/2006 US 60/868.856

**(73) Titular(es):** Saint-Gobain Ceramics & Plastics, Inc.

**(72) Inventor(es):** Doruk O. Yener, Nathalie Pluta, Olivier  
Guiselin, Yves Boussant-Roux

**(74) Procurador(es):** Dannemann, Siemsen, Bigler &  
Ipanema Moreira

**(86) Pedido Internacional:** PCT US2007085877 de  
29/11/2007

**(87) Publicação Internacional:** WO 2008/070520de  
12/06/2008

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "**MATERIAL HIDRATO DE ALUMINA TRATADO E SEUS USOS DO MESMO**".

Campo Técnico

A presente invenção refere-se genericamente a materiais em  
5 partículas de hidrato de alumina tratado e usos de tais materiais em partícu-  
las.

Antecedentes da Técnica

Materiais inorgânicos em partículas são comumente combinados  
com materiais poliméricos para formação de materiais compósitos. Por e-  
10 xemplo, tais materiais inorgânicos em partículas podem ser combinados com  
polímeros termoendurecíveis para formação de compósitos de polímeros de  
alta resistência termicamente estáveis. Em um outro exemplo, tais materiais  
inorgânicos em partículas podem ser combinados com resinas elastoméricas  
curáveis para formação de compósitos elastoméricos reforçados.

15 Como tais, materiais inorgânicos em partículas podem ser usa-  
dos como material de enchimento e podem funcionar como reforços, coran-  
tes, ou absorvedores de radiação. Por exemplo, zircônia e titânia são comu-  
mente usados como agentes branqueadores e absorvedores de radiação  
ultravioleta. Em um outro exemplo, negro de fumo é tipicamente usado para  
20 formar compósitos negros que suportam radiação ultravioleta. Em um exem-  
plo particular, materiais inorgânicos em partículas são usados em compósi-  
tos elastoméricos para fabricação de pneus. Em adição a negro de fumo,  
sílica precipitada é frequentemente usada para prover baixa resistência de  
rolagem, por exemplo, para reduzir consumo de gasolina, e tração em super-  
25 fície úmida.

De modo a reduzir consumo de combustível, foram feitas tentati-  
vas por produtores de pneus para obtenção de pneus com baixa resistência  
de rolagem. Em adição, fabricantes de pneus desejam aperfeiçoada aderên-  
cia em ambas condições úmida e seca, e resistência a desgaste. Como tal,  
30 fabricantes tipicamente voltaram-se para uma composição de borracha dieno  
vulcanizável com enxofre obtida por trabalho termomecânico de um copolí-  
mero dieno conjugado e um composto vinila aromático, e reforçado com síli-

ca precipitada altamente dispersável, especial. Sílica precipitada altamente dispersável é fabricada de partículas primárias esféricas, que são agregadas juntas. Estas partículas primárias tipicamente têm uma baixa razão de aspecto, genericamente ao redor de 1.

5 Os assim chamados "pneus verdes" tiveram um significativo sucesso comercial no mercado de carro de passageiro na Europa e mais recentemente na América do Norte. Entretanto, o desenvolvimento de pneus verdes para caminhões tem sido mais difícil devido a uma resistência a desgaste menor que pneu de caminhão convencional reforçado principalmente  
10 com negro de fumo.

Voltando-se para materiais aluminosos, partículas de nanoboemita podem ser facilmente dispersas em uma matriz de polímero de náilon devido à alta compatibilidade de superfície entre o material boemita e a matriz de polímero altamente polar. Entretanto, partículas de nanoboemita são  
15 difíceis de dispersar em uma matriz não-polar, tal como uma composição de borracha dieno para uma formulação de pneu. Em geral, partículas de nano boemita de maior razão de aspecto são mais difíceis de dispersar em borracha.

Numerosas soluções foram propostas para aperfeiçoar a dispersão de nanopartículas com alta razão de aspecto em polímeros não-polares. Por exemplo, agentes de tratamento de superfície orgânicos que modificam a química de superfície das partículas para torná-las mais compatíveis com o polímero foram propostos. Uma tal abordagem, por exemplo, foi usada para dispersar nano-argila em náilon ou polipropileno usando amônio quaternário como um agente de tratamento de superfície orgânico. Entretanto,  
25 mesmo com os agentes orgânicos, é frequentemente difícil obter desejável dispersão de tais partículas inorgânicas, especialmente se a carga de material de enchimento é alta (mais que 10% em volume). Além disso, no caso de formulação de pneu, um tratamento de superfície orgânico pode não ser desejável. Por exemplo, pode ser desejável para a superfície dos materiais de enchimento de reforço reagirem com um agente de acoplamento silano polissulfurado durante o método de composição, e assim não pode ser apassi-  
30

vado pelo agente de tratamento de superfície orgânico.

Como tal, um material compósito e de enchimento dispersível formado do mesmo pode ser desejável.

#### Descrição da Invenção

5                    Em uma modalidade particular, um material em partículas inclui hidrato de alumina. O material em partículas tem uma razão de volume de compactação 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

10                    Em uma outra modalidade, um material em partículas compreende hidrato de alumina revestido com óxido de metal. O material em partículas tem uma razão de volume de compactação 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

Ainda em uma outra modalidade exemplar, um material em partículas inclui hidrato de alumina. O material em partículas tem uma Razão de Volume de Poro Cumulativa de pelo menos cerca de 3,0.

15                    Ainda em uma modalidade exemplar, um material em partículas inclui hidrato de alumina. O material em partículas tem um Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg de pelo menos cerca de  $3,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

20                    Em uma outra modalidade exemplar, um material em partículas inclui um hidrato de alumina semeado. O material em partículas tem um ponto isoelétrico não maior que cerca de 5.

25                    Ainda em uma modalidade exemplar, um método de fabricação de um material em partículas inclui adição de um sal inorgânico compreendendo um ânion de metal oxidado a uma suspensão de hidrato de alumina. O método ainda inclui adição de um agente acidulante à suspensão de hidrato de alumina, pelo que uma camada de óxido de metal é precipitada sobre partículas de hidrato de alumina da suspensão de hidrato de alumina para formar um material em partículas.

30                    Ainda em uma modalidade exemplar, um método de fabricação de um material em partículas inclui adição de um sal silicato inorgânico a uma suspensão de hidrato de alumina. O método ainda inclui adição de um agente acidulante à suspensão de hidrato de alumina e reação para precipitar uma camada de sílica sobre partículas de hidrato de alumina na suspen-

são de hidrato de alumina para formar o material em partículas.

Em uma outra modalidade exemplar, um material em partículas inclui alumina de transição. O material em partículas tem um Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg de pelo menos cerca de  $3,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

5 Ainda em uma outra modalidade exemplar, um material em partículas inclui alumina de transição. O material em partículas tem uma Razão de Volume de Compactação 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

10 Ainda em uma modalidade exemplar, um material em partículas inclui alfa alumina. O material em partículas tem um Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg de pelo menos cerca de  $3,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

Em uma outra modalidade exemplar, um material em partículas inclui alfa alumina. O material em partículas tem uma Razão de Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

15 Ainda em uma outra modalidade exemplar, um catalisador inclui um material em partículas e um agente catalítico sobre a superfície do material em partículas. O material em partículas tem uma Razão em Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

20 Ainda em uma modalidade exemplar, um papel de jato de tinta inclui um substrato de papel e um revestimento disposto sobre pelo menos um lado do substrato de papel. O revestimento inclui um material em partículas tendo uma Razão de Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

25 Em uma outra modalidade exemplar, um material compósito inclui uma matriz polímero e um material em partículas disperso dentro da matriz de polímero. O material em partículas tem uma Razão de Volume de compactação de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

30 Ainda em uma outra modalidade exemplar, um material compósito inclui uma matriz polímero e um agregado. O agregado inclui uma partícula com uma razão de aspecto geométrico de pelo menos cerca de 3,0. Adicionalmente, o agregado tem um Índice de Dispersabilidade de pelo menos 94%.

Em uma outra modalidade exemplar, um material em partículas compreende um agregado. O agregado inclui uma partícula partícula com uma razão de aspecto geométrico de pelo menos cerca de 3,0. Adicionalmente, o agregado tem um Índice de Dispersabilidade de pelo menos cerca de 94%.

Ainda em uma modalidade exemplar, um material em partículas inclui um hidrato de alumina revestido com óxido de metal. O material em partículas tem um Índice de Dispersabilidade de pelo menos cerca de 90%.

Em uma outra modalidade exemplar, um método de fabricação de um artigo inclui mistura de um material em partículas com uma resina de polímero. O material em partículas compreende hidrato de alumina. Ainda, o material em partículas tem uma Razão de Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

Ainda em uma modalidade exemplar, um material compósito compreende uma matriz de silicone e um material em partículas disperso dentro da matriz de silicone. O material em partículas inclui um hidrato de alumina. Adicionalmente, o material em partículas tem uma Razão de Volume de Compactação 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

#### Descrição da Modalidade(ões)

Em uma modalidade particular, um material em partículas inclui hidrato de alumina tratado, tal como hidrato de alumina revestido com sílica. Em um exemplo, o material em partículas pode ter uma Razão de Volume de Compactação 50 mPa (500 psi) (a razão do volume do ar para o volume do sólido quando o sólido é comprimido em 50 mPa (500 psi)) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ , indicando uma porosidade relativamente alta e resistência a compactação relativamente alta. Em adição, o material em partículas pode ter um Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg (porosidade na faixa de tamanho de poro entre 10 e 1000 nm multiplicada pela densidade específica do material em partículas) de pelo menos  $3,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ . Em uma modalidade particular, o material em partículas inclui hidrato de alumina revestido com sílica no qual o hidrato de alumina inclui boemita e o revestimento de sílica compreende cerca de 10% a cerca de 50% em peso do ma-

terial em partículas.

Em uma modalidade exemplar, um método de fabricação de um material de hidrato de alumina tratado inclui reação de uma solução de sal inorgânico (tal como silicato de sódio ou tungstato de sódio) com um agente acidulante na presença de uma partícula de hidrato de alumina, assim precipitando uma camada de óxido de metal sobre a partícula de hidrato de alumina para formar um material hidrato de alumina revestido com óxido de metal. Ainda, o método pode incluir lavagem de material hidrato de alumina revestido com óxido de metal para remoção de excesso de sais e secagem de material hidrato de alumina revestido com óxido de metal para obter um material em partículas seco. O óxido de metal formando o revestimento do hidrato de alumina revestido com óxido de metal pode ter um ponto isoelétrico não maior que cerca de 6,0. Em uma outra modalidade, um aditivo, tal como ácido cítrico, é adicionado a uma solução de partículas de hidrato de alumina para diminuir o ponto isoelétrico das partículas de hidrato de alumina antes da adição da solução de sal inorgânico para melhor controlar a aglomeração de partículas antes de revestimento com óxido de metal.

Ainda em uma modalidade exemplar, um material compósito inclui uma matriz polímero e um material hidrato de alumina revestido com óxido de metal disperso dentro da matriz de polímero. O material hidrato de alumina revestido com óxido de metal pode ter uma Razão de Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ , ou um Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg de pelo menos cerca de  $3,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ , indicando uma porosidade relativamente alta e resistência a compactação relativamente alta.

Em uma modalidade exemplar adicional, um método de fabricação de um artigo compreende mistura de um material em partículas com uma resina polímero. O material em partículas inclui um hidrato de alumina revestido com óxido de metal. Adicionalmente, o método pode incluir mistura de um agente de acoplamento com o polímero. Alternativamente, o método pode incluir pré-tratamento de material em partículas com um agente de acoplamento. Ainda, o método pode incluir moldagem de resina polímero e

cura de resina polímero.

#### Partícula de hidrato de alumina

Em geral, a partícula de hidrato de alumina inclui alumina hidratada conforme a fórmula:  $Al(OH)_aOb$ , onde  $0 \leq a \leq 3$  e  $b = (3-a)/2$ , com a exceção de impurezas. Em uma modalidade particular,  $1 \leq a \leq 2$ . Por exemplo, quando  $a = 0$  a fórmula corresponde a alumina ( $Al_2O_3$ ). Em geral, o material em partículas de hidrato de alumina tem um teor de água de cerca de 1% a cerca de 38% em peso, tal como cerca de 15% a cerca de 38% em peso de teor de água.

Em particular, as partículas de hidrato de alumina podem incluir hidróxidos de alumínio, tal como ATH (tri-hidróxido de alumínio), em formas minerais comumente conhecidas como gibbsita, baierita, ou bauxita, ou podem incluir mono-hidrato de alumina, também referido como boemita. Tal forma mineral de hidróxidos de alumínio pode formar material em partículas de hidrato de alumina útil na formação das partículas ou pode ser usada como um precursor aluminoso, para ainda processamento, tal como em um tratamento hidrotérmico semeado, descrito em mais detalhes abaixo.

Com particular referência às morfologias das partículas de hidrato de alumina, diferentes morfologias são disponíveis, tais como partículas com forma de agulha, com forma elipsoidal, e forma de plaqueta. Por exemplo, partículas tendo uma morfologia com forma de agulha podem ser ainda caracterizadas com referência a uma razão de aspecto primário definida como a razão da dimensão mais longa para a segunda dimensão mais longa perpendicular à dimensão mais longa e uma razão de aspecto secundária definida como a razão da segunda dimensão mais longa para a terceira dimensão mais longa perpendicular às primeira e segunda dimensões mais longas. A razão de aspecto primária de partícula com forma de agulha é genericamente maior que 2:1, preferivelmente maior que 3:1, e mais preferivelmente maior que ou igual a 6:1. A razão de aspecto secundária genericamente descreve a geometria de seção transversa das partículas em um plano perpendicular à dimensão mais longa. A razão de aspecto secundária de partículas em forma de agulha é genericamente não maior que cerca de

3:1, tipicamente não maior que cerca de 2:1, ou não maior que cerca de 1,5:1, e frequentemente cerca de 1:1.

De acordo com uma outra modalidade, as partículas de hidrato de alumina podem ser partículas com forma de plaqueta ou placa genericamente de uma estrutura alongada. Entretanto, partículas com forma de plaqueta genericamente têm superfícies principais opostas, as superfícies principais opostas sendo genericamente planares e genericamente paralelas umas às outras. Em adição, as partículas com forma de plaqueta podem ser caracterizadas como tendo uma razão de aspecto secundária maior que aquela de partículas de forma de agulha, genericamente pelo menos cerca de 3:1, tal como pelo menos cerca de 6:1, ou pelo menos cerca de 10:1. Tipicamente, a dimensão mais curta ou dimensão borda, perpendicular às superfícies ou faces principais opostas, é genericamente menos que 50 nanômetros, tal como menos que cerca de 40 nanômetros, ou menos que cerca de 30 nanômetros.

De acordo com uma outra modalidade, um cacho de partículas com forma de plaquetas pode formar genericamente uma estrutura elipsoidal alongada tendo uma razão de aspecto primária descrita acima em conexão com as partículas com forma de agulha. Em adição, o cacho com forma elipsoidal pode ser caracterizado como tendo uma razão de aspecto secundária não maior que cerca de 2:1, não maior que cerca de 1,5:1, ou cerca de 1:1.

De acordo com uma modalidade, as partículas de hidrato de alumina têm uma razão de aspecto geométrica, definida como a razão da dimensão mais longa para a raiz quadrada do produto das duas dimensões ortogonais mais curtas, genericamente de pelo menos cerca de 3,0, e, em particular, pelo menos cerca de 4,5, tal como pelo menos cerca de 6,0. Genericamente, partículas com forma de agulha têm uma razão de aspecto geométrico maior que partículas com forma de plaquetas e partículas com forma elipsoidal de tamanho comparável. Tipicamente, a razão de aspecto geométrico correlaciona com dispersão de partículas de hidrato de alumina não-tratadas.

Morfologia do material em partículas de hidrato de alumina pode

ser ainda definida em termos de tamanho de partícula e, mais particularmente, tamanho médio de partícula. Como aqui usado, o "tamanho médio de partícula" é usado para representar a dimensão de comprimento ou mais longa média das partículas de hidrato de alumina. Genericamente, o tamanho médio de partícula não é maior que cerca de 1000 nanômetros, tal como

5   cerca de 30 nanômetros a cerca de 1000 nanômetros. Por exemplo, os tamanhos médios de partículas podem não ser maiores que cerca de 800 nanômetros, não maiores que cerca de 500 nanômetros, ou não maiores que cerca de 300 nanômetros. No contexto de material em partículas finas, modalidades têm um tamanho médio de partícula não maior que 250 nanômetros, tal como não maior que 225 nanômetros. Devido a restrições de método de certas modalidades, o menor tamanho médio de partícula é pelo menos cerca de 30 nanômetros, tal como pelo menos cerca de 50 nanômetros, ou pelo menos cerca de 100 nanômetros. Em particular, o tamanho médio

10   de partícula pode ser cerca de 30 nanômetros a cerca de 1000 nanômetros, tal como cerca de 50 nanômetros a cerca de 250 nanômetros, ou cerca de 100 nanômetros a cerca de 200 nanômetros.

Devido à morfologia alongada das partículas, tecnologia convencional de caracterização é genericamente inadequada para medir tamanho

20   médio de partícula, uma vez que tecnologia de caracterização é genericamente baseada na assunção de que as partículas são esféricas ou próximas de esféricas. Da mesma maneira, tamanho médio de partícula é determinado tomando-se múltiplas amostras representativas e medindo-se fisicamente os tamanhos de partículas encontrados em amostras representativas. Tais

25   amostras podem ser tomadas através de várias técnicas de caracterização, tal como microscopia de exploração eletrônica (SEM). O termo tamanho médio de partícula também representa tamanho de partícula primária, relacionado às partículas individualmente identificáveis, se em forma dispersa, agregada ou aglomerada. O termo agregado representa um grupo de partículas primárias, que são fortemente ligadas, e o termo aglomerado representa

30   um grupo de agregados que são fracamente ligados juntos. Em geral, é mais fácil medir o tamanho das partículas primárias antes delas serem agregadas

juntas. Tipicamente, agregados e aglomerados têm um tamanho médio comparativamente maior. Por exemplo, agregados podem ter um tamanho médio de cerca de 250 nm a cerca de 2000 nm, tal como cerca de 300 nm a cerca de 1000 nm, ou mesmo cerca de 300 nm a cerca de 600 nm. Em um  
5 outro exemplo, aglomerados podem ter um tamanho maior que cerca de 2000 nm, tal como maior que cerca de 10 micra, ou mesmo tão alto como 100 micra.

Em uma modalidade particular, quando  $a$  é aproximadamente (1) dentro da fórmula geral:  $\text{Al}(\text{OH})_a\text{O}_b$ , onde  $0 < a \leq 3$  e  $b = (3-a)/2$ , o material  
10 hidrato de alumina corresponde a boemita. Mais genericamente, o termo "boemita" é aqui usado para representar hidratos de alumina incluindo boemita mineral, tipicamente sendo  $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  e tendo um teor de água da ordem de 15%, assim como pseudo-boemita, tendo um teor de água maior que 15%, tal como 20% a 38% em peso. Como tal, o termo "boemita" será  
15 usado para representar hidratos de alumina tendo 15% a 38% de teor de água, tal como 15% a 30% de teor de água em peso. É notado que boemita (incluindo pseudo-boemita) tem uma estrutura de cristal particular e identificável, e da mesma maneira, um padrão de difração de raios X único, e como tal, é distinguida de outros materiais aluminosos incluindo outras aluminas  
20 hidratadas.

Boemita pode ser obtida através de processamento de minerais aluminosos, tal como um precursor aluminoso através de um caminho de processamento semeado, para prover desejável morfologia e características de partícula. Partículas de hidrato de alumina formadas através de um método  
25 semeado são particularmente apropriadas para formação de aglomerados de hidrato de alumina tratados, como descrito abaixo. Tal processamento semeado vantajosamente pode prover desejáveis morfologias de partículas e as partículas formadas por tais métodos podem ser ainda tratadas sem remoção das mesmas da solução, tal como a solução na qual elas foram  
30 formadas *in situ*.

Referindo-se aos detalhes dos métodos através dos quais o material em partículas aluminosas semeadas pode ser fabricado, tipicamente

um precursor de material aluminoso incluindo minerais bauxíticos, como gibbsita e baierita, são submetidos a tratamento hidrotérmico como genericamente descrito na patente de propriedade comum, patente US 4.797.139. Mais especificamente, o material em partículas pode ser formado através de  
5 combinação de precursor e sementes (tendo desejada fase cristal e composição, tais como sementes de boemita) em suspensão, expondo a suspensão (alternativamente sol ou pasta) a tratamento térmico para causar conversão do material bruto na composição das sementes (neste caso boemita). As sementes provêm um molde para conversão de cristal e crescimento do  
10 precursor. Aquecimento é genericamente realizado em um ambiente autógeno, ou seja, em uma autoclave, de modo que uma pressão elevada é gerada durante processamento. O pH da suspensão é genericamente selecionado de um valor de menos que 7 ou maior que 8, e o material semente boemita tem um tamanho de partícula mais fino que cerca de 0,5 micron, preferivelmente menos que 100 nm, e mesmo mais preferivelmente menos que  
15 10 nm. No caso onde as sementes são aglomeradas, os tamanhos de partículas sementes referem-se a tamanhos de partículas primárias de semente. Genericamente, as partículas sementes estão presentes em uma quantidade maior que cerca de 1% em peso do precursor boemita, tipicamente pelo menos 2% em peso, tal como 2 a 40% em peso, mais tipicamente 5 a 15% em peso (calculado como  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Material precursor é tipicamente carregado em  
20 uma porcentagem de teor de sólidos de 60% a 98%, preferivelmente 85% a 95%. Alternativamente, a carga total do material sólido é cerca de 10% a cerca de 50%, tal como cerca de 15% a cerca de 30%.

25 O aquecimento é realizado em uma temperatura maior que cerca de 100°C, tal como maior que cerca de 120°C, ou mesmo maior que cerca de 130°C. Em uma modalidade, a temperatura de processamento é maior que 150°C. Usualmente, a temperatura de processamento está abaixo de cerca de 300°C, tal como menos que cerca de 250°C. Processamento é  
30 genericamente realizado na autoclave em uma pressão elevada, tal como dentro de uma faixa de cerca de  $1 \times 10^5$  newtons/m<sup>2</sup> a cerca de  $8,5 \times 10^6$  newtons/m<sup>2</sup>. Em um exemplo, a pressão é gerada autogenamente, tipicamente

ao redor de  $2 \times 10^5$  newtons/m<sup>2</sup>.

No caso de material precursor relativamente impuro, tal como bauxita, o material é lavado, tal como rinsagem com água deionizada, para lavar impurezas como hidróxidos de silício e titânio e outras impurezas residuais restantes do método de mineração para fonte de bauxita.

O material aluminoso em partículas pode ser fabricado com condições hidrotermicas estendidas combinadas com níveis de sementeira relativamente baixos e pH ácido, resultando em preferencial crescimento de boemita ao longo de um eixo ou dois eixos. Tratamento hidrotérmico mais longo pode ser usado para produzir mesmo mais longa e maior razão de aspecto das partículas de boemita ou maiores partículas em geral. Períodos de tempo tipicamente variam de cerca de 1 a 24 horas, preferivelmente 1 a 3 horas.

Seguindo tratamento térmico e conversão cristalina, o teor líquido é genericamente removido, desejavelmente através de um método que limita aglomeração das partículas de boemita com eliminação de água, tal como congelamento por atomização, secagem por atomização, ou outras técnicas para evitar excessiva aglomeração. Em certas circunstâncias, processamento de ultrafiltração ou tratamento térmico para remoção de água pode ser usado. A seguir, a resultante massa pode ser triturada, tal como para 0,14 mm (100 mesh), se desejado. É notado que o tamanho de partícula aqui descrito genericamente descreve os cristalitos simples formados através de processamento, antes que quaisquer agregados ou aglomerados que possam permanecer em certas modalidades.

Alternativamente, o material aluminoso em partículas pode ser mantido em suspensão, formando uma suspensão coloidal. Por exemplo, o material aluminoso em partículas pode ser mantido em sol. *in situ*. Em um outro exemplo, o conteúdo líquido no qual o material aluminoso em partículas é suspenso pode ser substituído através de lavagem, troca de líquido – líquido, ou outras técnicas de separação que resultam no material aluminoso em partículas permanecendo em suspensão coloidal. Em particular, tais materiais aluminosos em partículas suspensas coloidais provêm vantagens

quando ainda tratados.

Várias variáveis podem ser modificadas durante o processamento do material em partículas para efetuar a desejada morfologia. Estas variáveis notavelmente incluem a razão em peso, ou seja, a razão de precursor (isto é, material estoque de alimentação) para semente, o particular tipo ou espécies de ácido ou base usados durante processamento (assim como o relativo nível de pH), e a temperatura (que é diretamente proporcional a pressão em um ambiente hidrotérmico autógeno) do sistema.

Em particular, quando a razão em peso é modificada enquanto mantendo as outras variáveis constantes, a forma e tamanho das partículas formando o material em partículas boemita são modificados. Por exemplo, quando o processamento é realizado a 180°C por duas horas em uma solução 2% em peso de ácido nítrico, uma razão ATH:boemita de 90:10 (precursor : razão de semente) forma partículas com forma de agulha (ATH sendo uma espécie de precursor de boemita). Em contraste, quando a razão de ATH : semente boemita é reduzida para um valor de 80:20, as partículas se tornam de forma mais elíptica. Ainda, quando a razão é ainda reduzida para 60 : 40, as partículas se tornam próximas de esféricas. Da mesma maneira, mais tipicamente a razão de precursor boemita para sementes boemita não é menos que cerca de 60:40, tal como não menos que cerca de 70:30 ou 80:20. Entretanto, para assegurar adequados níveis de semeadura para promover a morfologia de partículas finas que é desejada, a razão em peso de precursor boemita para sementes boemita é genericamente não maior que cerca de 98:2. Baseado no anterior, um aumento em razão em peso genericamente aumenta razão de aspecto, enquanto uma diminuição de razão em peso genericamente diminuiu razão de aspecto.

Ainda, quando o tipo de ácido ou base é modificado, mantendo as outras variáveis constantes, a forma (por exemplo, razão de aspecto) e tamanho das partículas são afetados. Por exemplo, quando processamento é realizado a 180°C por duas horas com uma razão de ATH : semente boemita de 90:10 em uma solução de ácido nítrico 2% em peso, as partículas sintetizadas são genericamente de forma de agulha. Em contraste, quando o

ácido é substituído com HCl em um teor de 1% em peso ou menos, as partículas sintetizadas são genericamente próximas de esféricas. Quando 2% em peso ou maior de HCl é utilizado, as partículas sintetizadas tornam-se genericamente de forma de agulhas. Em 1% em peso de ácido fórmico, as partículas sintetizadas são de forma de plaquetas. Ainda, com o uso de uma solução básica, tal como KOH 1% em peso, as partículas sintetizadas são de forma de plaquetas. Quando uma mistura de ácidos e bases é utilizada, tal como KOH 1% em peso e ácido nítrico 0,7% em peso, a morfologia das partículas sintetizadas é de forma de plaquetas. Digno de nota, os valores de % em peso acima dos ácidos e bases são baseados no teor de sólidos somente das respectivas suspensões de sólidos ou pastas, e não são baseados no peso total das pastas fluidas.

Ácidos e bases apropriadas incluem ácidos minerais como ácido nítrico, ácidos orgânicos como ácido fórmico, ácidos halogênicos como ácido clorídrico e sais ácidos como nitrato de alumínio e sulfato de magnésio. Bases efetivas incluem, por exemplo, aminas incluindo amônia, hidróxidos de álcalis como hidróxido de potássio, hidróxidos alcalinos como hidróxido de cálcio, e sais básicos.

Ainda, quando temperatura é modificada enquanto mantendo outras variáveis constantes, tipicamente mudanças são manifestadas em tamanho de partícula. Por exemplo, quando processamento é realizado em uma razão de ATH : semente boemita em razão de 90:10 em uma solução de ácido nítrico 2% em peso a 150°C por duas horas, o tamanho cristalino a partir de XRD (caracterizada de difração de raios X) foi verificado ser de 115 Angstroms. Entretanto, em 160°C o tamanho cristalino foi verificado ser 143 Angstroms. Da mesma maneira, quando temperatura é aumentada, tamanho médio de partícula é também aumentado, representando uma relação diretamente proporcional entre tamanho médio de partícula e temperatura.

De acordo com modalidades aqui descritas, uma metodologia de método flexível e relativamente poderosa pode ser empregada para engenheirar desejadas morfologias no material em partículas. De particular significância, modalidades utilizam processamento semeado resultando em uma

rota de processamento de custo efetivo com um alto grau de controle de método que pode resultar em desejados tamanhos médios de partículas finas assim como controladas distribuições de tamanho de partícula. A combinação de (i) identificação e controle de variáveis chaves na metodologia de método, tal como razão em peso, espécies de ácido e base e temperatura, e (ii) tecnologia baseada em semeadura é de particular significância, provendo processamento que pode ser repetido e controlável de desejadas morfologias de material em partículas.

No contexto de material em partículas aluminoso semeado, é atribuída particular significância ao caminho de processamento semeado, na medida em que não somente processamento semeado para formar material em partículas semeado permite morfologia hermeticamente controlada do precursor (que é grandemente preservada no produto final), mas também a rota de processamento semeado é acreditada manifestar desejáveis propriedades físicas no produto final, incluindo distinções de composição, morfológicas e cristalinas sobre material em partículas formado através de caminhos de processamento não-semeado, convencionais.

Adicionais estudos de caracterização foram realizados para entender mais precisamente o efeito de semeadura sobre morfologia de partícula. As partículas semeadas têm uma estrutura nodular, em que as partículas são 'inchadas' ou 'nodosas' e têm uma textura exterior genericamente áspera. Ainda caracterização foi realizada através de análise TEM para descobrir que o que aparece por SEM sendo partículas genericamente monolíticas, são realmente partículas formadas por montagens densas, herméticas de partículas plaquetas. As partículas têm uma morfologia de agregado controlada, em que os agregados mostram um nível de uniformidade além de convencionais tecnologias de agregado. É entendido que as estruturas agregadas controladas formam a estrutura nodular, e são únicas para abordagem semeada discutida acima.

É reconhecido que abordagens não-semeadas foram verificadas formarem material em partículas, incluindo abordagens que decompõem materiais brutos através de consumo de um sal de alumínio, tal como nitrato de

alumínio ou sulfato de alumínio. Entretanto, estas abordagens de decomposição de sal de metal formam partículas morfologicamente distintas que são destituídas da morfologia semeada, carecendo notavelmente de estrutura nodular. Típica morfologia não-semeada tem uma textura de superfície externa semelhante a cabelo ou lisa. Exemplos de tais abordagens não-semeadas incluem aquelas mostradas em US 3.108.888, US 2.915.475, e JP2003-054941.

#### Partículas de hidrato de alumina tratadas

Em uma particular modalidade, as partículas de hidrato de alumina ainda podem ser tratadas, tal como através de revestimento de partículas de hidrato de alumina com um revestimento inorgânico, genericamente resultando em aglomerados de partículas de hidrato de alumina revestidas. Em particular, as partículas de hidrato de alumina podem ser revestidas com um óxido cerâmico, tal como um óxido de metal. Por exemplo, as partículas de hidrato de alumina podem ser revestidas com um óxido de metal, como sílica, óxido de estanho, óxido de vanádio, óxido de tungstênio, óxido de manganês, óxido de antimônio, óxido de nióbio, óxido de molibdênio, ou quaisquer combinações dos mesmos. Em uma modalidade exemplar, o óxido de metal pode ser selecionado de óxidos de metais tendo um ponto isoelétrico não maior que cerca de 6,0, tal como não maior que cerca de 5,0, ou não maior que cerca de 3,0. Em adição, o óxido de metal pode ter um precursor básico, por exemplo, incluindo um metal que forma um ânion de sódio ou potássio solúvel em água, oxidado. Ainda, o óxido de metal pode ser substancialmente insolúvel em água. Em um exemplo particular, o revestimento pode ser formado usando uma suspensão aluminosa coloidal, por exemplo, incluindo um material aluminoso semeado. Em uma modalidade exemplar, as partículas de hidrato de alumina podem ser revestidas com sílica.

Com relação ao método através do qual um material hidrato de alumina revestido com óxido de metal pode ser fabricado, tipicamente as partículas de hidrato de alumina são providas em uma suspensão (alternativamente sol ou pasta fluida). Em particular, as partículas de hidrato de alu-

mina são partículas de hidrato de alumina semeado que estão em suspensão, tal como suspensas em uma porção da solução na qual elas foram formadas *in situ*. A suspensão pode ser diluída com água deionizada para formar uma suspensão com cerca de 1% a cerca de 10% em peso de partículas de hidrato de alumina baseado no peso total da suspensão. Em um exemplo alternativo, as partículas de hidrato de alumina podem ser providas em uma forma seca e adicionadas a água deionizada ( $\text{di-H}_2\text{O}$ ) para formação de suspensão tendo pelo menos cerca de 20 g/L de partículas de hidrato de alumina, tal como pelo menos cerca de 30 g/L de partículas de hidrato de alumina, ou mesmo pelo menos cerca de 40 g/L de partículas de hidrato de alumina. Ainda, a suspensão pode ser aquecida acima de  $50^\circ\text{C}$ , tal como entre cerca de  $50^\circ\text{C}$  a cerca de  $99^\circ\text{C}$ , ou mesmo entre cerca de  $80^\circ\text{C}$  e cerca de  $90^\circ\text{C}$ , particularmente entre cerca de  $80^\circ\text{C}$  e cerca de  $85^\circ\text{C}$ , e pode ser agitada em uma baixa velocidade. Genericamente, a suspensão resultante tem um pH não maior que cerca de 6.

Opcionalmente, as superfícies das partículas de hidrato de alumina podem ser pré-tratadas, por exemplo, para diminuir o ponto isoelétrico das partículas de hidrato de alumina. Em uma modalidade exemplar, um agente de modificação de superfície, tal como um ácido fraco, pode ser adicionado à suspensão de hidrato de alumina. Por exemplo, o agente de modificação de superfície pode incluir ácido cítrico ou Darvan C (polimetacrilato de amônio, PMAA). Em particular, um agente de modificação é um agente que pode reduzir o ponto isoelétrico das partículas de hidrato de alumina para menos que 9,0. Por exemplo, o agente de modificação de superfície pode reduzir o ponto isoelétrico das partículas de hidrato de alumina para menos que cerca de 6,0, tal como não maior que cerca de 5,0. Em um exemplo, o agente de modificação de superfície pode ser adicionado à suspensão de hidrato de alumina em uma quantidade entre 1% e 10% em peso das partículas de hidrato de alumina. Em particular, o agente de modificação de superfície pode ser adicionado pouco a pouco. Por exemplo, cerca de 55% do ácido cítrico designado podem ser adicionados à suspensão de hidrato de alumina e a suspensão pode ser misturada, tal como por pelo me-

nos 15 minutos, para assegurar que o ácido cítrico seja bem disperso na suspensão de hidrato de alumina. Subsequentemente, o restante do ácido cítrico pode ser adicionado à suspensão. Em um outro exemplo, ácido cítrico pode ser dividido em 3 a 5 partes e adicionadas uma a uma, agitando por

5 pelo menos cerca de 5 minutos após cada parte ser adicionada. Em cada caso, a suspensão pode ser agitada em uma velocidade ajustada para a viscosidade da suspensão. Por exemplo, a suspensão pode ser agitada em uma maior velocidade para diminuir a viscosidade e dispersar o agente de modificação de superfície.

10 Ainda em um exemplo, o pH da suspensão pode ser aumentado antes da adição do sal inorgânico, tal como através de adição de uma base, por exemplo, hidróxido de sódio. Por exemplo, o pH pode ser ajustado para pelo menos cerca de 5, tal como cerca de 5 a cerca de 7.

15 Para facilitar revestimento com um óxido de metal tal como sílica, uma quantidade de sal inorgânico incluindo um ânion de metal oxidado (por exemplo, um sal silicato inorgânico) pode ser adicionado à suspensão de modo que uma quantidade de óxido de metal precipitado para revestir as partículas de hidrato de alumina seja cerca de 10% a cerca de 50% em peso do material de hidrato de alumina tratado resultante, tal como cerca de 15%

20 a cerca de 40%, por exemplo, cerca de 20% a cerca de 30% em peso. Em uma modalidade exemplar, o sal silicato inorgânico pode ser uma solução diluída de silicato de sódio. Alternativamente, o sal silicato inorgânico pode incluir um silicato de metal do Grupo I, tal como silicato de potássio. Em um exemplo, o silicato inorgânico pode ser adicionado lentamente até o pH da

25 suspensão de hidrato de alumina aumentar, tal como entre cerca de 6,0 e 8,0, tal como entre cerca de 7,0 e 8,0. Em um outro exemplo, o silicato inorgânico é adicionado até o pH ser aumentado para uma faixa de cerca de 8,0 a cerca de 10,0, tal como cerca de 8,5 a cerca de 9,5. Uma vez o pH tenha aumentado para a desejada faixa, o restante do silicato inorgânico pode ser

30 adicionado em conjunção com um agente acidulante, tal como ácido sulfúrico, para manter o desejado pH. A suspensão de hidrato de alumina pode ser agitada por pelo menos 10 minutos, tal como pelo menos 20 minutos, ou

mesmo cerca de 30 minutos.

Em uma modalidade exemplar, um agente acidulante é adicionado para reduzir o pH da solução de hidrato de alumina para uma faixa de cerca de 3,0 a cerca de 8,0, tal como cerca de 4,0 a cerca de 7,0, ou cerca  
5 de 5,0 a cerca de 6,0. O agente acidulante pode ser um ácido, tal como um ácido inorgânico ou um ácido orgânico. Em um exemplo, um ácido inorgânico inclui ácido sulfúrico, ácido clorídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico, ou qualquer sua combinação. Em um outro exemplo, o ácido orgânico pode incluir ácido fórmico. Em um exemplo particular, o agente acidulante pode ser  
10 ácido sulfúrico. Como um resultado do método, o material hidrato de alumina tratado forma pequenos agregados de partículas de hidrato de alumina revestidas.

Em adição, o material hidrato de alumina tratado opcionalmente pode ser lavado para remover sais. Por exemplo, a suspensão pode ser diluída com di-H<sub>2</sub>O, misturada, e deixada depositar. O sobrenadante pode ser  
15 removido e o método (diluição, mistura, remoção de sobrenadante) pode ser repetido até pelo menos cerca de 90% dos íons estimados terem sido removidos. Em um outro exemplo, o material hidrato de alumina tratado pode ser lavado por centrifugação ou pode ser tratado via troca de íons.

Em uma modalidade exemplar, o conteúdo líquido é genericamente removido, desejavelmente através de um método que limita ainda aglomeração do material hidrato de alumina tratado com eliminação de água, tal como congelamento por atomização, secagem por atomização, ou  
20 outras técnicas adaptadas para prevenir excesso de aglomeração. Em certas circunstâncias, processamento de ultrafiltração ou tratamento térmico para remover a água pode ser usado. A seguir, a resultante massa pode ser triturada, tal como para 100 mesh, se desejado.

Embora o material hidrato de alumina tratado seja desejavelmente usado em sua forma boemita, o material pode ser termo tratado para  
30 alterar a estrutura cristalina da porção hidrato de alumina do material tratado. Em uma modalidade exemplar, o material hidrato de alumina tratado é termo tratado através de calcinação em uma temperatura suficiente para causar

transformação em uma alumina de fase transitória, ou uma combinação de fases transitórias. Tipicamente, calcinação ou tratamento térmico é realizado em uma temperatura maior que cerca de 250°C, mas menor que 1100°C. Em temperaturas de menos que 250°C, transformação em forma de temperatura mais baixa de alumina transitória, gama alumina, tipicamente não ocorrerá. De acordo com certas modalidades, calcinação é realizada em uma temperatura maior que 400°C, tal como não menos que cerca de 450°C. A temperatura máxima de calcinação pode ser menos que 1100°C ou 1050°C, estas temperaturas superiores usualmente resultando em uma substancial proporção de alumina fase teta, a forma de temperatura mais alta de alumina transitória.

Em temperaturas maiores que 1100°C, tipicamente o precursor transformar-se-á na fase alfa. Ao contrário de material boemita não-tratado, um material hidrato de alumina revestido com óxido de metal pode ser aquecido em alta temperatura sem perder sua nanoestrutura, como um resultado do revestimento amorfo de óxido de metal que pode evitar crescimento de cristal de alumina durante o método de calcinação.

Em uma outra modalidade, o material hidrato de alumina tratado é calcinado em uma temperatura menor que 950°C, tal como dentro de uma faixa de 750°C a 950°C para formar um substancial teor de delta alumina. De acordo com particulares modalidades, a calcinação é realizada em uma temperatura de menos que cerca de 800°C, tal como menos que cerca de 775°C ou 750°C para efetuar transformação em uma fase gama predominante.

De acordo com uma modalidade, o material de hidrato de alumina tratado tem um alto volume de poro. Volume de poro pode ser medido de várias maneiras, incluindo porosimetria de Hg e métodos BET. A porosimetria de Hg é medida de acordo com DIN 66 133. Resultados de porosimetria de Hg podem ser usados para determinar um volume de poro cumulativo de Hg, o volume total dos poros de menos que cerca de 300 nm. Em uma modalidade exemplar, o Volume de Poro Cumulativo de Hg do material de hidrato de alumina tratado é genericamente pelo menos cerca de 1,50 cm<sup>3</sup>g, e

em particular pelo menos cerca de  $1,65 \text{ cm}^3/\text{g}$ , tal como pelo menos  $1,75 \text{ cm}^3/\text{g}$ .

Em adição, resultados de porosimetria de Hg podem ser usados para determinar um Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg. O Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg é o volume total dos poros entre 10 nm e 1000 nm medidos em  $\text{cm}^3/\text{g}$  multiplicado pela densidade específica do material em partículas (por exemplo,  $2,1 \text{ g}/\text{cm}^3$  para sílica HD,  $2,9 \text{ g}/\text{cm}^3$  para hidrato de alumina,  $2,7 \text{ g}/\text{cm}^3$  para hidrato de alumina tratado com sílica 25% em peso, e  $2,78 \text{ g}/\text{cm}^3$  para hidrato de alumina tratado com sílica 15% em peso. Em uma modalidade exemplar, o Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg do material de hidrato de alumina tratado é genericamente pelo menos cerca de  $3,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ , e em particular, pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ , tal como pelo menos cerca de  $6,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ , ou mesmo pelo menos cerca de  $6,5 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

Volume de poro BET pode ser determinado de acordo com ISO 5794. Resultados de volume de poro BET podem ser usados para determinar um Volume de Poro Cumulativo BET, o volume total dos poros menos que cerca de 300 nm. O Volume de Poro Cumulativo BET do material hidrato de alumina tratado pode ser genericamente pelo menos cerca de  $0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$ .

Adicionalmente, uma Razão de Volume de Poro Cumulativo é a razão entre o Volume de Poro Cumulativo de Hg e o Volume de Poro Cumulativo BET. Em uma modalidade exemplar, a Razão de Volume de Poro Cumulativa do material de hidrato de alumina tratado é genericamente pelo menos cerca de 3,0, e em particular, pelo menos cerca de 4,0, tal como pelo menos cerca de 5,0.

Ainda, a Área de Superfície BET pode ser determinada de acordo com ISO 5794. O valor da área de superfície BET medida em  $\text{m}^2/\text{g}$  é multiplicado pela densidade específica do material em partículas para obter um valor em  $\text{m}^2/\text{cm}^3$ . Por exemplo, a Área de Superfície BET do material de hidrato de alumina tratado pode ser genericamente pelo menos cerca de  $150 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ , tal como pelo menos cerca de  $300 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ .

Adicionalmente, a densidade empacotada solta de pré-

compressão (LPD) pode ser definida como a quantidade, em gramas, de agregado que enche, sem compressão, uma cavidade dividida pelo volume da cavidade e dividida novamente pela densidade do material (por exemplo, 2,1 g/cm<sup>3</sup> para sílica HD, 2,9 g/cm<sup>3</sup> para hidrato de alumina, 2,7 g/cm<sup>3</sup> para hidrato de alumina tratado com sílica 25% em peso, e 2,78 g/cm<sup>3</sup> para hidrato de alumina tratado com sílica 15% em peso). Por exemplo, a LPD do material de hidrato de alumina pode ser genericamente não maior que cerca de 0,06 cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup>, e em particular, não maior que cerca de 0,05 cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup>, tal como não maior que cerca de 0,04 cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup>. Em uma outra modalidade, o material hidrato de alumina tratado é pré-compactado para obter uma LPD após compactação de pelo menos cerca de 0,10 cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup>, tal como pelo menos cerca de 0,13 cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup> para facilitar a expedição e o manuseio do material em partículas.

De acordo com uma modalidade, o material hidrato de alumina tratado tem uma alta resistência a compressão. Em um teste exemplar, o material é colocado dentro de uma cavidade e comprimido. Um volume do sólido (cm<sup>3</sup>) é determinado tomando-se o peso do material (g) e dividindo pela densidade do material (por exemplo, 2,1 g/cm<sup>3</sup> para sílica HD, 2,9 g/cm<sup>3</sup> para hidrato de alumina, 2,7 g/cm<sup>3</sup> para hidrato de alumina tratado com sílica 25% em peso, e 2,78 g/cm<sup>3</sup> para hidrato de alumina tratado com sílica 15% em peso). Um volume do ar (cm<sup>3</sup>) é a diferença entre o volume da cavidade (cm<sup>3</sup>) e o volume do sólido (cm<sup>3</sup>). Uma razão de Compactação de 10 mPa (100 psi) é definida como a razão do volume do ar para o volume do sólido quando o sólido é comprimido em 10 mPa (100 psi). Em uma modalidade exemplar, a Razão de Volume de Compactação de 10 mPa (100 psi) do material hidrato de alumina tratado pode ser genericamente pelo menos cerca de 6,0 cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup>, e em particular, pelo menos cerca de 8,0 cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup>, tal como pelo menos cerca de 10,0 cm<sup>3</sup>/cm<sup>3</sup>.

Adicionalmente, uma Razão de Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi) é definida como a razão do volume do ar para o volume do sólido quando o sólido é comprimido em 50 mPa (500 psi). Em uma modalidade exemplar, a Razão de Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi)

do material de hidrato de alumina tratado pode ser genericamente pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ , e em particular, pelo menos cerca de  $5,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ , tal como pelo menos cerca de  $6,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

Um ponto isoelétrico (IEP) pode ser determinado medindo-se uma carga do material como uma função de pH. Em partículas, o IEP é o pH no qual a carga líquida do material é cerca de 0. Em um exemplo, o IEP do material hidrato de alumina tratado pode ser não maior que cerca de 5,0, tal como não maior que cerca de 2,0, e em particular não maior que cerca de 1,5.

Particulares modalidades do material hidrato de alumina tratado podem exibir aperfeiçoadas propriedades que provê vantagens em particulares aplicações. Por exemplo, particulares modalidades do material de hidrato de alumina tratado podem exibir uma alta Razão de Volume de Compactação, indicando resistência de agregado, e um alto Índice de Volume de Poro Cumulativo, indicando um alto número de poros de menos que 1 micron em tamanho. Tal resistência de agregado e porosidade, por exemplo, podem conduzir a aperfeiçoada dispersão em matrizes de polímeros. Em adição, as propriedades de superfície de modalidades das partículas de hidrato de alumina tratadas podem conduzir a aperfeiçoada dispersão, aperfeiçoada absorção de líquidos, e aperfeiçoada receptividade para revestimentos.

#### Dispersando em um polímero

Em uma modalidade particular, o material hidrato de alumina revestido com sílica pode ser disperso dentro de uma matriz de polímero. Em uma modalidade particular, a matriz de polímero inclui um polímero elastomérico. Polímeros elastoméricos são aqueles polímeros que quando moderadamente deformados (estirados, torcidos, alongados, mutilados, etc.), tipicamente retornam à sua forma original. Um elastômero exemplar é borracha natural levemente reticulada. Um outro polímero elastomérico exemplar inclui poliolefina, poliamida, poliuretano, poliestireno, dieno, silicone, flúor elastômero, e copolímeros, copolímeros de bloco, ou suas combinações. Um silicone exemplar pode incluir borracha de silicone líquida (LSR) ou borracha de alta consistência (HCR). Específicos polímeros que podem ser formula-

dos como materiais elastoméricos incluem acrilonitrila butadieno estireno (ABS), borracha de monômero etileno propileno dieno (EPDM), flúor elastômero, policaprolactam (náilon 6), borracha nitrila butadieno (NBR), ou qualquer sua combinação.

5                    Em uma modalidade particular, o polímero elastomérico inclui um elastômero dieno. Elastômero dieno ou borracha significa um elastômero resultando pelo menos em parte (isto é, um homopolímero ou um copolímero) de monômeros dieno (monômeros transportando duas ligações duplas carbono – carbono, se conjugadas ou não).

10                    Elastômeros dieno exemplares incluem: (a) homopolímero obtido por polimerização de um monômero dieno conjugado tendo 4 a 12 átomos de carbono; (b) copolímero obtido por copolimerização de um ou mais dienos conjugados junto com um ou mais compostos aromáticos vinila tendo 8 a 20 átomos de carbono; (c) copolímero ternário obtido por copolimerização de etileno, de uma alfaolefina tendo 3 a 6 átomos de carbono com um monômero dieno não-conjugado tendo 6 a 12 átomos de carbono, tal como, por exemplo, os elastômeros obtidos de etileno, de propileno com um monômero dieno não-conjugado do tipo mencionado anteriormente, tal como em particular, 1,4-hexadieno, etilideno norborneno ou díciclo pentadieno; e (d) copolímero de isobuteno ou isopreno (borracha butila), e também as versões halogenadas, em particular cloradas ou bromadas, deste tipo de copolímero.

15                    Elastômeros dieno insaturados, em particular aqueles de tipo (a) ou (b) acima, são particularmente adaptáveis para uso em banda de rodagem. Um dieno conjugado exemplar inclui 1,3-butadieno, 2-metil-1,3-butadieno, 2,3-di-(C<sub>1-5</sub> alquil)-1,3-butadienos tais como, por exemplo, 2,3-dimetil-1,3-butadieno, 2,3-dietil-1,3-butadieno, 2-metil-3-etil-1,3-butadieno, 2-metil-3-isopropil-1,3-butadieno, aril-1,3-butadieno, 1,3-pentadieno, 2,4-hexadieno, ou qualquer combinação dos mesmos. Um composto aromático vinila exemplar inclui, por exemplo, estireno, orto-, meta- e para-metil estireno, a mistura comercial "vinil tolueno", p-t-butil estireno, metoxi estirenos, cloro estirenos, vinil mesitileno, divinil benzeno, vinil naftaleno, ou qualquer combinação dos mesmos.

20

25

30

Em um outro exemplo, o elastômero dieno da composição pode ser selecionado do grupo de elastômeros dieno altamente insaturados, que consiste em polibutadienos (BR), poli-isoprenos sintéticos (IR), borracha natural (NR), copolímeros de butadieno – estireno (SBR), copolímeros de butadieno – isopreno (BIR), copolímeros de butadieno – acrilonitrila (NBR), copolímeros de isopreno – estireno (SIR), copolímeros de butadieno – estireno – isopreno (SBIR), ou misturas destes elastômeros.

Em uma modalidade exemplar, o material de hidrato de alumina tratado e a matriz de polímero são combinados e misturados para dispersar suficientemente o material hidrato de alumina tratado. Por exemplo, a matriz de polímero pode ser misturada por pelo menos cerca de 2 minutos. Um agente de acoplamento pode ser adicionado à matriz de polímero. Alternativamente, o material hidrato de alumina tratado pode ser ainda pré-tratado com o agente de acoplamento.

Tipicamente, um agente de acoplamento inclui pelo menos um grupo funcional reativo com borracha que é reativo com o elastômero e inclui pelo menos um grupo funcional reativo com material de enchimento que é reativo com o material de enchimento. Genericamente, o agente de acoplamento pode estabelecer uma conexão química ou física entre o material de enchimento de reforço e o elastômero. Em adição, o agente de acoplamento pode facilitar dispersão do material de enchimento dentro de elastômero. Em um exemplo particular, o agente de acoplamento inclui um grupo funcional reativo com material de enchimento baseado em silano.

Em uma modalidade exemplar, a matriz de polímero pode ser curada. O polímero elastomérico pode ser curado através de reticulação, tal como através de vulcanização. Em uma modalidade particular, o polímero elastomérico é curável usando agentes baseados em enxofre, tal como pelo menos um de enxofre elementar, polissulfeto, mercaptan, ou qualquer combinação dos mesmos. Em uma outra modalidade, o elastômero é curável usando agentes baseados em peróxido, como peróxidos metálicos, peróxidos orgânicos, ou qualquer combinação dos mesmos. Em uma outra modalidade, o elastômero é curável usando um catalisador de platina. Ainda em

um exemplo, a formulação é curável usando agentes baseados em amina.

Em particular, materiais compósitos incluindo um polímero e o material hidrato de alumina tratado podem incluir o material hidrato de alumina tratado em cargas de cerca de 20% a cerca de 400%, tal como cerca de 30% a cerca de 200%, baseado no peso do polímero. Em geral, materiais compósitos incluindo o material hidrato de alumina tratado podem prover propriedades aperfeiçoadas em relação a compósitos incluindo sílica altamente dispersável em menor carga de material de enchimento total.

As propriedades do resultante material compósito podem ser influenciadas por quanto o material em partículas dispersa bem na matriz de polímero. Por exemplo, dispersão de aglomerados em um polímero pode ser medida de acordo com ASTM 2663. Um Índice de Dispersibilidade pode ser definido como a dispersão dos aglomerados dentro de uma típica formulação de pneu de passageiros seguindo o procedimento descrito em mais detalhes no exemplo 4. Em uma modalidade, o Índice de Dispersibilidade do material hidrato de alumina tratado pode ser pelo menos cerca de 90%, e em particular, pelo menos cerca de 94%, tal como pelo menos cerca de 95%.

Particulares modalidades de um material compósito incluindo hidrato de alumina tratado podem ser vantajosamente usadas em pneus. Em particular, modalidades do material compósito proporcionam aperfeiçoadas propriedades mecânicas e resistência a desgaste. Tal resistência a desgaste de um material compósito é especialmente útil em aplicações de alta severidade, como pneus de caminhões. Aperfeiçoamento em resistência a desgaste também pode ser útil para pneus de carro de passageiros para aperfeiçoamento de vida de serviço, ou reduzir espessura de banda de rodagem para manter a mesma vida de serviço enquanto ainda reduzindo resistência de rolamento.

#### Outros Usos

Em uma modalidade particular, o material hidrato de alumina tratado pode ser disperso dentro de um revestimento de papel de jato de tinta. O revestimento de papel de jato de tinta pode incluir álcoois polivinílicos, polímeros, ou suas apropriadas combinações. Em uma modalidade par-

particular, o revestimento pode ser disposto sobre pelo menos um lado de um substrato de papel. O revestimento de papel de jato de tinta pode prover uma alta velocidade de absorção de tinta, isto é, rápidos tempos de secagem, e permanência de imagem sem intumescimento de substrato de papel.

5 Particulares modalidades do material hidrato de alumina tratado vantajosamente podem absorver tinta em uma estrutura altamente porosa. Em particular, partículas de hidrato de alumina tratadas exibindo um alto Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg podem vantajosamente evitar sangramento de tinta.

10 Em um outro experimento, a invenção é direcionada a um catalisador compreendendo um material hidrato de alumina tratado ou seus derivados calcinados e um agente catalítico disposto sobre a superfície do material. Um exemplo de um agente catalítico inclui um metal, tal como platina, ouro, prata, paládio, ou qualquer combinação dos mesmos. Em um outro  
15 exemplo, o agente catalítico pode incluir um óxido de metal ou um íon adsorvido. Em modalidades particulares, partículas de hidrato de alumina tratadas podem exibir desejável durabilidade em métodos onde ocorre tensão mecânica sobre partículas catalíticas. Tal durabilidade pode ser atribuível a altas Razões de Volume de Compactação.

20 Materiais catalíticos vantajosamente podem incluir materiais de alumina anisotrópicos, incluindo hidrato de alumina tratado ou não-tratado ou seus derivados calcinados. Em particular, hidratos de alumina revestidos com óxido de metal e seus derivados podem formar materiais suportes catalíticos que exibem vantajosa porosidade e propriedades mecânicas.

25 Exemplos

Exemplo 1

Amostras comparativas são formadas de partículas de hidrato de alumina comercialmente disponíveis e sílica. Estas amostras comparativas são testadas para porosidade, área de superfície, e resistência de compressão como ilustrado no Exemplo 3 e comparadas com amostras de hidrato de  
30 alumina tratadas.

Por exemplo, uma solução aquosa de um hidrato de alumina

(CAM 9010-1, disponível de Saint-Gobain Ceramics and Plastics Corporation), tendo uma forma de bastão e uma razão de aspecto geométrico ao redor de três, é congelada por atomização e triturada para preparar Amostra 1.

5 Em um outro exemplo, uma solução aquosa de um hidrato de alumina na forma de plaquetas (CAM 9080, disponível de Saint-Gobain Ceramics and Plastics Corporation) é secada – congelada e o pulverizado triturado para preparar Amostra 2.

10 Ainda em um exemplo, uma solução aquosa de um hidrato de alumina (CAM 9010-2, disponível de Saint-Gobain Ceramics and Plastics Corporation), tendo uma forma de bastão e uma razão de aspecto geométrico na faixa de 6-10, é congelada por atomização e triturada para preparar Amostra 3.

15 Em um exemplo adicional, uma solução aquosa de um hidrato de alumina (CAM 9010-2, disponível de Saint-Gobain Ceramics and Plastics Corporation), tendo uma forma de bastão e uma razão de aspecto geométrico na faixa de 6-10, a partir de Amostra 3 é misturada com água para diminuir sua viscosidade. A solução é agitada quando a resina de troca de íons (Dowex Marathon A OH form) é adicionada, até um pH ao redor de 5 ser atingido. A mistura é filtrada para remoção de pérolas de resina. A resultante  
20 solução é secada congelada e triturada para preparar Amostra 4.

Amostra 5 é derivada de uma sílica precipitada altamente dispersível comercialmente disponível (Tixosil 68, disponível de Rhodia).

Amostra 6 é derivada de uma sílica precipitada altamente dispersível comercialmente disponível (Tixosil 43, disponível de Rhodia).

25 Amostra 7 é derivada de uma sílica precipitada altamente dispersível comercialmente disponível (Ultrasil 7000, disponível de Degussa).

### Exemplo 2

Em adição, amostras são preparadas de material hidrato de alumina tratado para testes em comparação às amostras de Exemplo 1.

30 Por exemplo, Amostra 8 é preparada a partir de uma suspensão de hidrato de alumina (CAM 9010-2, disponível de Saint-Gobain Ceramics and Plastics Corporation tendo uma forma de bastão e uma razão de aspec-

to geométrico na faixa de 6-10) que foi tratada com uma resina de troca de íons (procedimento similar a amostra 4). A suspensão de hidrato de alumina é diluída para 5% em peso com di-H<sub>2</sub>O em um vaso de reação de aço inoxidável de 2 litros. A suspensão é agitada, preferivelmente ao redor de 200 rpm, e aquecida a 85°C. Uma quantidade de ácido cítrico igual a cerca de 5,2% do peso das partículas de hidreto de alumina na solução é adicionada para diminuir o ponto isoelétrico das partículas de hidreto de alumina. Primeiro, cerca de 55% do ácido cítrico é adicionado, seguido por 15 minutos de agitação antes de quantidade restante de ácido cítrico ser adicionada. A velocidade de agitação é ajustada para assegurar que o ácido cítrico seja bem disperso. (Antes de seu uso ácido cítrico é parcialmente neutralizado com NaOH para ajustar seu pH em aproximadamente 5).

Uma quantidade de silicato de sódio é adicionada de modo que o peso de sílica precipitada esteja na faixa de 23-28% em peso do peso total dos sólidos aglomerados, e preferivelmente igual a aproximadamente 25% em peso. Uma solução diluída de silicato de sódio (1 volume de silicato de sódio e 1 volume de di-H<sub>2</sub>O) é lentamente adicionada à mistura até um pH 9-9,5 ser atingido. Ácido sulfúrico é adicionado simultaneamente ao silicato de sódio restante para manter o pH no vaso de reação aproximadamente entre 8,5 e 9,5, e preferivelmente aproximadamente entre 9 e 9,5. Após as adições, a suspensão é agitada por 30 minutos, a velocidade de agitação estando na faixa de 800-1600 rpm, e preferivelmente ao redor de 1200 rpm. A temperatura está ao redor de 81-82°C. Ácido sulfúrico é adicionado à suspensão para abaixar o pH abaixo de 6, e preferivelmente entre 5 e 6.

A suspensão é misturada com di-H<sub>2</sub>O e deixada em repouso. O sobrenadante é removido e o método repetido até pelo menos 90% dos íons estimados em solução serem removidos. A suspensão é secada – congelada e triturada para obter Amostra 8.

Amostra 9 é preparada em uma maneira similar àquela descrita para Amostra 8 usando uma suspensão de hidrato de alumina (CAM 9010-2, disponível de Saint-Gobain Ceramics and Plastics Corporation tendo uma forma de bastão e uma razão de aspecto geométrico na faixa de 6-10), que

não é tratada com a resina de troca de íons contrário a Amostra 8. Após a dispersão de nanoboemita ser introduzida no vaso de reação e diluída com di-H<sub>2</sub>O para uma concentração de 5% em peso, o pH da solução é ajustado para aproximadamente 5 com hidróxido de sódio.

5 Amostra 10 é preparada em uma maneira similar àquela descrita em relação a Amostra 8, exceto que a suspensão de hidrato de alumina é diluída para uma concentração de 1,5% em peso.

10 Amostra 11 é preparada em uma maneira similar àquela descrita em relação a Amostra 8, exceto que o hidrato de alumina é diluído para 5% em peso com uma solução de ácido cítrico de modo que a quantidade de ácido cítrico é cerca de 5,2% do peso do hidrato de alumina.

15 Amostra 12 é preparada em uma maneira similar àquela descrita em relação a Amostra 8, exceto que cinco quantidades iguais de ácido cítrico são adicionadas à suspensão. A solução é agitada por cinco minutos cada uma das primeiras quatro adições, e dez minutos após a última adição. Adicionalmente, o ácido sulfúrico é diluído com di-H<sub>2</sub>O (uma parte ácido sulfúrico para quatro partes de di-H<sub>2</sub>O) antes de adição à suspensão.

20 Amostra 13 é preparada em uma maneira similar àquela descrita em relação a Amostra 8, exceto que a suspensão de hidrato de alumina não é tratada com a resina de troca de íons, a reação é realizada sem ácido cítrico, e hidróxido de sódio é usado para aumentar o pH para um valor entre 6 e 7 antes da adição de silicato de sódio.

25 Amostra 14 é preparada em uma maneira similar àquela descrita em relação a Amostra 8, exceto que a suspensão de hidrato de alumina não é tratada com a resina de troca de íons, a reação é realizada sem o ácido cítrico, o pH é ajustado para cerca de 6 com hidróxido de sódio antes da adição da solução de silicato de sódio, e o pH é mantido em um pH de cerca de 7 durante a adição da solução de silicato de sódio.

30 A Amostra 15 é preparada em uma maneira similar àquela descrita em relação a Amostra 8, exceto que a suspensão de hidrato de alumina não é tratada com a resina de troca de íons, o pH é ajustado para cerca de 5 com hidróxido de sódio após a diluição para hidrato de alumina 5% em peso,

o ácido cítrico é diluído com di-H<sub>2</sub>O e o pH da solução de ácido cítrico é ajustado para cerca de 5 a 5,5 com NaOH. A solução de ácido cítrico é adicionada à suspensão de hidrato de alumina em cinco partes, e 15% em peso de silicato de sódio são adicionados após o pH da suspensão e hidrato de alumina estar entre 6 a 7.

### Exemplo 3

As amostras são testadas para volume de poro, densidade empacotada, e volume sob compressão. Em particular, as amostras são testadas para razão de volume de compactação em 10 mPa (100 psi) e 50 mPa (500 psi), Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg, volume de poro cumulativo de Hg, volume de poro cumulativo BET, área de superfície BET, densidade empacotada solta (LPD), e ponto isoelétrico.

Por exemplo, o volume do sólido (cm<sup>3</sup>) é definido como o peso do pulverizado (g) dividido pela densidade (por exemplo, 2,1 g/cm<sup>3</sup> para sílica HD, e 2,9 g/cm<sup>3</sup> para hidrato de alumina). O volume do ar (cm<sup>3</sup>) é definido como a diferença entre o volume da cavidade (cm<sup>3</sup>) e o volume do sólido (cm<sup>3</sup>). Em um exemplo, a Razão de Volume de Compactação de 10 mPa (100 psi) é definida como a razão do volume do ar para o volume do sólido quando o sólido é comprimido a 10 mPa (100 psi), e a Razão de Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi) é definida como a razão do volume do ar para o volume do sólido quando o sólido é comprimido a 50 mPa (500 psi).

**Tabela 1.** Performance de compactação de materiais em partículas

Referência de Amostra	Razão de Volume de Compactação em 10 mPa (100 psi) (cm <sup>3</sup> /cm <sup>3</sup> )	Razão de Volume de Compactação em 50 mPa (500 psi) (cm <sup>3</sup> /cm <sup>3</sup> )
Amostra 1	2,8	2,2
Amostra 2	2,9	2,2
Amostra 3	3,2	2,6
Amostra 4	2,9	2,3
Amostra 5	6,2	4,7
Amostra 6	6,6	4,6
Amostra 7	4,9	4,0

Amostra 8	9,6	5,8
Amostra 9	9,6	5,9
Amostra 10	10,5	6,9
Amostra 11	9,7	6,1
Amostra 12	10,6	6,2
Amostra 13	9,3	5,4
Amostra 14	8,7	5,0
Amostra 15	8,4	5,2

É acreditado que maiores Razões de Volume de Compactação influenciam dispersão dos sólidos em partículas. Cada uma das amostras de hidrato de alumina tratado (Amostras 8-15) exibe aumentada Razão de Volume de Compactação de 10 mPa (100 psi) e Razão de Volume de Compactação de 50 mPa (500 psi). Em adição a serem maiores que as razões para amostras de hidrato de alumina não-tratadas (Amostras 1-4), as razões para Amostras 8-15 também foram maiores que sílicas tradicionalmente usadas e a mais nova sílica precipitada altamente dispersável (Amostras 5-7).

Volume de poro também pode influenciar capacidade de dispersão de partículas aglomeradas. Como tal, as amostras são testadas usando ambas técnicas de Hg e BET. O Volume de Poro Cumulativo de Hg é definido como o volume total dos poros de menos que cerca de 300 nm como determinado por porosimetria de Hg. Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg é definido como o volume total dos poros entre 10 nm e 1000 nm como determinado por porosimetria de Hg em relação à densidade do material. O Volume de Poro Cumulativo BET é definido como o volume total dos poros de menos que cerca de 300 nm como determinado por técnicas BET. A Razão de Volume de Poro Cumulativo é a razão entre o Volume de Poro Cumulativo de Hg e o Volume de Poro Cumulativo BET.

Tabela 2. Volume de poro cumulativo para amostras de partículas

Referência de Amostra	Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg ( $\text{cm}^3/\text{cm}^3$ )	Volume de Poro Cumulativo de Hg ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	Volume de Poro Cumulativo BET ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	Razão de Volume Cumulativo de Poro
Amostra 2	1,67	0,57	0,51	1,12
amostra3	1,31	0,46	0,51	0,90
amostra5	3,60	1,57	0,70	2,24
Amostra6	5,10	1,99	1,04	1,91
Amostra 7 Amostra 8	3,61	1,59	0,67	2,37
Amostra 9	5,89	1,53	0,34	4,50
Amostra 12	6,72	1,80	0,30	6,00
Amostra 13	6,97	1,82	TBD	TBD
Amostra 14	5,57	2,42	TBD	TBD
Amostra 15	7,17	1,90	TBD	TBD

Baseado no Índice de Volume de Poro Cumulativo de Hg, as amostras de hidrato de alumina tratadas (Amostras 9 e 12) parecem ter porosidades comparáveis ou maiores que o hidrato de alumina não-tratado (Amostras 2 e 3) e as amostras de sílica (Amostras 5-7). Em particular, as amostras de hidrato de alumina tratadas (Amostras 9 e 12) têm porosidade comparável ou maior em relação a Tixosil 43 (Amostra 6) à despeito de terem similar densidade empacotada solta.

Para tamanhos de poro de menos que 0,3 micron, as amostras de hidrato de alumina tratadas (Amostras 9 e 12) têm valores comparáveis a outras amostras. Entretanto, a Razão de Volume de Poro Cumulativo para as amostras de hidrato de alumina tratadas (Amostras 9 e 12) são significativamente maiores que outras amostras, o que pode ser útil em algumas aplicações. A Amostra 14 tem o maior Volume de Poro Cumulativo de Hg (para tamanho de poro menor que 0,3 micron). Isto pode ser interessante para algumas aplicações.

**Tabela 3.** Área de Superfície BET ( $\text{m}^2/\text{cm}^3$ ) de Amostras em Partículas

Referência de Amostra	Área de superfície BET ( $\text{m}^2/\text{cm}^3$ )
Amostra 3	365
Amostra 5	330
Amostra 6	552
Amostra 7	443
Amostra 8	375
Amostra 9	327
Amostra 10	448
Amostra 11	386
Amostra 12	354
Amostra 13	373
Amostra 14	467
Amostra 15	392

A Área de Superfície BET é a área de superfície ajustada para densidade. Em geral, as Áreas de Superfície BET ajustadas das amostras de hidrato de alumina tratadas (Amostra 9-12) são similares ou levemente superiores que os valores para hidrato de alumina não-tratado (Amostra 3). Em particular, aquelas amostras que são lavadas seguindo tratamento exibem alta área de superfície.

**Tabela 4.** Densidade empacotada solta (LPD) de amostras em partículas

Referência de Formulação	LPD ( $\text{cm}^3/\text{cm}^3$ )
Amostra 2	0,148
Amostra 3	0,179
Amostra 5	0,114
Amostra 6	0,043
Amostra 7	0,129
Amostra 8	0,037
Amostra 9	0,033
Amostra 10	0,052

Amostra 11	0,041
Amostra 12	0,033
Amostra 13	0,028
Amostra 14	0,039
Amostra 15	0,043

A LPD das amostras de hidrato de alumina tratadas (Amostra 8-15) são significativamente menores que as amostras de hidrato de alumina não-tratadas (Amostra 2 e 3). Uma tal redução em LPD pode indicar uma estrutura de aglomerado mais aberta nas amostras de hidrato de alumina tratadas, que pode conduzir à dispersão aperfeiçoada em materiais poliméricos. Embora os valores de LPD acima sejam pré-compressão, o material em partículas também pode ser compactado para facilitar manuseio e expedição, alterando a LPD.

Tabela 5. Ponto isoelétrico de amostras em partículas

Referência de Formulação	IEP
Amostra 3	9,5
Amostra 8	1,4
Amostra 11	1,4
Amostra 14	1,5

Como ilustrado na Tabela 5, as amostras de hidrato de alumina tratadas (Amostras 8 e 11) exibem IEP menor que a amostra não-tratada (Amostra 3), o que pode indicar significativa cobertura pelo revestimento de sílica.

#### Exemplo 4

Compostos amostras são preparados usando resinas elastoméricas e amostras em partículas.

Por exemplo, Composto 1 é preparado baseado em uma formulação típica para um pneu de passageiro enchido com sílica e negro de fumo. Um misturador tamanho PL2000 Brabender com um cabeçote de mistura B350 com rotores tipo Banbury é usado para realizar a composição. A câmara de mistura tem um volume de cerca de 380 mL e é usada para um fator de enchimento de 0,7 (266 mL). O óleo circulante é aquecido para a-

proximadamente 60°C usando uma velocidade de rotor de 80 rpm. Ao misturador, uma primeira metade de uma mistura de polímeros é adicionada.

A mistura de polímeros inclui 103 pph de VSL 5025 (de Bayer AG), 25 pph de CB 24 (de Bayer AG), 7 pph de N220 (de degussa). Um material de enchimento derivado de Amostra 1 é adicionado ao misturador. Entre 68 e 95 pph, dependendo da densidade do material de enchimento de modo a incluir o mesmo volume de material de enchimento, é adicionado à mistura de polímeros durante mistura. A quantidade em gramas pode ser determinada através de multiplicação de quantidades por um coeficiente ao redor de 1,35. Subsequentemente, o polímero restante é adicionado ao misturador.

Após misturar por 2 minutos, 5,44 pph de Si 69 (de Degussa), 6 pph de Sunpar 2280 Oil, 1 pph de Flectol H, 1 pph de Nanox ZA, e 1,5 pph de Sunproof Improved Wax (Uniroyal Chemical Co.) são adicionados. A mistura é mantida a 140°C por 3 minutos então espalhada sobre uma folha para resfriar.

Enxofre e um acelerador de vulcanização são adicionados ao misturador sobre um moinho de 2 rolos a cerca de 30°C. Por exemplo, entre 217,0 pph e 244,9 pph do material compósito, dependendo da quantidade de material de enchimento adicionado, são combinadas com 2,5 pph de óxido de zinco, 3 pph de ácido esteárico, 1,4 pph de enxofre, 1,8 pph de CBS (de Bayer, AG), 1,6 pph de DPG (de Bayer AG), e 0,2 pph de dissulfeto de tetrabenziltiuram (TBzTD) são combinadas sobre um moinho de 2 rolos a cerca de 30°C.

Composto 2 é preparado como descrito em relação a Composto 1, exceto que o material de enchimento é derivado das partículas de Amostra 3.

Composto 3 é preparado como descrito em relação a Composto 1, exceto que o material de enchimento é derivado das partículas de Amostra 2.

Composto 4 é preparado como descrito em relação a Composto 1, exceto que o material de enchimento é derivado das partículas de Amos-

tra 7.

Composto 5 é preparado como descrito em relação a Composto 1, exceto que o material de enchimento é derivado das partículas de Amostra 9.

5 Composto 6 é preparado como descrito em relação a Composto 1, exceto que o material de enchimento é derivado das partículas de Amostra 12.

A capacidade de dispersão dos diferentes compostos é medida usando um disperGRADER de acordo com ISO 11345 Method B test. Este teste baseia-se em microscopia ótica de análise de imagem para avaliar a porcentagem de dispersão de material de enchimento: 0% é indicativo de uma dispersão muito pobre, e 100% de uma dispersão relativamente perfeita. Baseado nos dados coletados para sílica precipitada, uma dispersão de material de enchimento de pelo menos aproximadamente 90% pode obter

10 deseável resistência a abrasão. O Índice de Dispersibilidade de uma amostra é definido como o valor de dispergrader associado com dispersão na

15 formulação de pneu de passageiro descrito em relação aos composto acima.

Tabela 6. Índice de dispersibilidade de material em partículas

Composto (Amostra em partículas)	Índice de Dispersibilidade
Composto 1 (CAM 9010-1)	6%
Composto 2 (CAM 9010-2)	0%
Composto 3 (CAM 9080)	49%
Composto 4(Ultrasil 7000)	93%
Composto 5 (Amostra9)	89%
Composto 6 (Amostra 12)	97%

Como ilustrado, os compostos formados a partir de amostras de hidrato de alumina tratadas (Compostos 5 e 6) exibem alta dispersão, tendo

20 um Índice de Dispersibilidade de pelo menos 89%. Em particular, Composto 6 exibe um Índice de Dispersibilidade maior que aquele do composto enchido com sílica (Composto 4). Tal dispersibilidade aperfeiçoada pode conduzir a aperfeiçoadas propriedades, tal como resistência ao desgaste.

25 Notar que nem todas as atividades descritas acima na descrição

geral ou os exemplos são requeridas, que uma porção de uma específica atividade pode não ser requerida, e que ainda uma ou mais atividades podem ser desempenhadas em adição àquelas descritas. Ainda, a ordem na qual atividades são listadas não é necessariamente a ordem na qual elas são realizadas.

No relatório descritivo anterior, os conceitos foram descritos com referência a específicas modalidades. Entretanto, aqueles versados na técnica apreciam que várias modificações e mudanças podem ser feitas sem se fugir do escopo da invenção como mostrado nas reivindicações abaixo. Da mesma maneira, o relatório descritivo e figuras são para serem vistos em um sentido ilustrativo antes que restritivo, e todas tais modificações são pretendidas serem incluídas no escopo da invenção.

Como aqui usados, os termos "compreende", "compreendendo", "inclui", "incluindo", "tem", "tendo, ou quaisquer outras suas variações, são pretendidos abrangerem uma inclusão não-exclusiva. Por exemplo, um método, método, artigo, ou aparelho que compreende uma lista de características não é necessariamente limitado somente àquelas características mas pode incluir outras características não expressamente listadas ou inerentes de tal método, método, artigo ou aparelho. Ainda, a menos que expressamente estabelecido ao contrário, "ou" refere-se a um inclusivo-ou e não a um exclusivo-ou. Por exemplo, uma condição A ou B é satisfeita por qualquer um do seguinte: A é verdadeiro (ou presente) e B é falso (ou não presente), A é falso (ou não presente) e B é verdadeiro (ou presente), e ambos A e B são verdadeiros (ou presentes).

Também, o uso de "um" ou "uma" são empregados para descrição de elementos e componentes aqui descritos. Isto é feito meramente por conveniência e para proporcionar um sentido geral do escopo da invenção. Esta descrição deve ser lida para incluir um ou pelo menos um e o singular também inclui o plural a menos que seja óbvio que é pretendido de outro modo

Benefícios, outras vantagens, e soluções para problemas foram descritos acima com relação a específicas modalidades. Entretanto, os be-

nefícios, vantagens, soluções para problemas, e qualquer característica(s) que possa causar qualquer benefício, vantagem, ou solução ocorrer ou tornar-se mais pronunciada não são para serem construídas como uma característica crítica, requerida ou essencial de qualquer ou todas as reivindicações.

Após leitura do relatório descritivo, aqueles versados na técnica apreciarão que certas características são, por clareza, aqui descritas no contexto de modalidades separadas, também podem ser providas em combinação em uma modalidade simples. Ao contrário, várias características que são, por brevidade, descritas no contexto de uma modalidade simples, também podem ser providas separadamente ou em qualquer subcombinação. Ainda, referências a valores estabelecidos em faixas incluem cada e qualquer valor dentro daquela faixa.

## REIVINDICAÇÕES

1. Material compósito compreendendo:

uma matriz de polímero; e

um agregado incluindo uma partícula com uma razão de aspecto geométrico  
5 de pelo menos cerca de 3,0, o agregado tendo um Índice de Dispersibilidade  
de pelo menos 94%.

2. Material compósito de acordo com a reivindicação 1, em que o  
agregado compreende um hidrato de alumina.

3. Material compósito de acordo com a reivindicação 2, em que o  
10 hidrato de alumina é um hidrato de alumina revestido com óxido de metal.

4. Material compósito de acordo com a reivindicação 3, em que o  
hidrato de alumina revestido com óxido de metal inclui um óxido de metal  
com um IEP de não maior que cerca de 6,0.

5. Material compósito de acordo com a reivindicação 4, em que o  
15 óxido de metal é uma sílica.

6. Material compósito de acordo com a reivindicação 5, em que o  
hidrato de alumina revestido com óxido de alumina inclui cerca de 10% em  
peso a cerca de 50% em peso de sílica.

7. Material compósito de acordo de acordo com qualquer uma  
20 das reivindicações 2 a 6, em que o hidrato de alumina é um hidrato de alu-  
mina semeado.

8. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindi-  
cações 2 a 7, em que o hidrato de alumina tem um tamanho de partícula  
médio de cerca de 30 nm a cerca de 1000 nm.

9. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindi-  
cações 1 a 8, em que o agregado tem uma razão de volume de compacta-  
ção em 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .

10. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivin-  
dicações 1 a 9, em que o agregado tem uma área de superfície BET de pelo  
30 menos cerca de  $150 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ .

11. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivin-  
dicações 1-10, em que o agregado tem um volume de poro cumulativo BET

de pelo menos cerca de  $0,3 \text{ cm}^3/\text{g}$ .

12. Material compósito de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 11, em que a matriz polímero é um elastômero.

5 13. Material em partículas compreendendo um agregado incluindo uma partícula com uma razão de aspecto geométrico de pelo menos cerca de 3,0, o agregado tendo um Índice de Dispersibilidade de pelo menos cerca de 94%.

10 14. Material em partículas compreendendo um hidrato de alumina revestido com óxido de metal com um Índice de Dispersibilidade de pelo menos cerca de 90%.

## RESUMO

Patente de Invenção: **"MATERIAL HIDRATO DE ALUMINA TRATADO E SEUS USOS DO MESMO"**.

5 A presente invenção refere-se a um material em partículas inclui hidrato de alumina. O material em partículas tem uma razão de volume de compactação de 50 mPa (500 psi) de pelo menos cerca de  $4,0 \text{ cm}^3/\text{cm}^3$ .