

348765

P.- 36.716

Case T-668

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de TITAN GESELLSCHAFT MBH

entidad ~~de nacionalidad~~ alemana

con domicilio en Leverkusen 1, República Federal Alemana

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LA DISPERSABILIDAD Y LAS PROPIEDADES OPTICAS DE PIGMENTOS DE DIOXIDO DE TITANIO" (Clase Internacional CO9c)

21.12.67



Es conocido el someter los pigmentos de dióxidos de titanio a un tratamiento con compuestos orgánicos, para mejorar determinadas propiedades de dichos pigmentos, tales como, por ejemplo, su dispersabilidad o humectabilidad.

5

Ahora bien, en muchos casos hay que aguantar en este tratamiento un empeoramiento de las propiedades ópticas, tal como, por ejemplo, la brillantez del polvo, originado por la adición orgánica o por los productos de descomposición producidos eventualmente a partir de ella en el ulterior proceso de fabricación. Las pinturas pigmentadas con pigmentos tratados orgánicamente, suelen además presentar frecuentemente una prolongación de su tiempo de secado, o unatendencia a tornarse amarillentas al ser secadas en estufa.

10

15

En la patente estadounidense, nº 3.004.858 se describe un pigmento de TiO_2 , que lleva en la superficie aproximadamente 0,01 a 3%, con relación al TiO_2 , de un polímero no iónico de óxido de alcoholeno distribuido uniformemente, consistente en el menos cinco grupos -C-C-O- consecutivos.

20

De acuerdo con esta patente es la longitud de una cadena de al menos cinco unidades crítica, ya que ello es el número mínimo de grupos que se precisan para una adserción efectiva. Ahora bien, resultados mejores parece ser se consiguen con polímeros de un peso molecular más alto. Las ventajas que pueden conseguirse conforme a la patente estadounidense más arriba citada, estriban en una dispersabilidad mejorada y en una cierta tendencia de los pigmentos a fluir en seco. Otras propiedades de los pigmentos permanecen inalteradas.

25

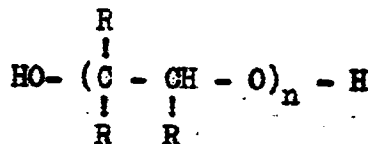
30

El objeto del presente invento es un procedimiento para la obtención de un pigmento de dióxido de titanio



con dispersabilidad mejorada, así como con propiedades ópticas mejoradas.

De acuerdo con este procedimiento, un pigmento obtenido de una manera conocida cualquiera, y eventualmente, tratado ulteriormente con sustancias inorgánicas, se recubre con una sustancia orgánica. El procedimiento se caracteriza por el hecho de que, en calidad de sustancia orgánica, se utiliza un polialcohilenglicol de cadena corta de la fórmula general:



siendo R = H o un radical alcohilo inferior, y n un número entero de 2 a 4.

Como ejemplos pueden ser citados: Di, tri y tetraetilenglicol; di, tri y tetrapropilenglicol-1,2; di, tri y tetrabutilenglicol-1,2 y 2,3; di, tri y tetraisobutilenglicol, así como copolímeros de los glicoles citados entre sí. Son preferidos el trietilenglicol y el tetraetilenglicol. En contraposición al procedimiento descrito en la patente estadounidense nº 3.004.858, no sólo se observa al utilizarse las sustancias conforme al invento y aplicarse el método de trabajo de acuerdo con el mismo, una dispersabilidad marcadamente mejor, sino que los pigmentos tratados ulteriormente de este modo presentan también una mejora en su poder de aclarado y en su coeficiente de dispersión. Al ser incorporados los pigmentos obtenidos conforme al procedimiento del invento a una pintura de secado al aire, no se observa ningún retardo del tiempo de secado.



Los polialcohilenglicoles empleados no necesitan ser agregados nada más que en pequeñas cantidades. Aplicados en cantidades de 0,2% con relación al pigmento empleado, se consigue ya una mejora de las propiedades del pigmento. Hacia arriba no existe ningún límite bien definido de la cantidad de sustancia orgánica, pero por lo general no se emplea más de 2% con relación al pigmento utilizado.

El procedimiento de acuerdo con el invento es apropiado para pigmentos de dióxido de titanio obtenidos de cualquier manera. Estos pueden ser obtenidos por los procedimientos más diversos, por ejemplo, conforme al denominado por los procedimientos más diversos, por ejemplo, conforme al denominado proceso del sulfato o al procedimiento del cloruro. El tratamiento con sustancias orgánicas puede ser aplicado, tanto en el rutilo, como también en la anatasa. Las partículas de pigmento de dióxido de titanio pueden previamente, de la manera en sí conocida, ser recubiertas una o varias veces con sustancias inorgánicas, por ejemplo, óxidos o hidróxidos.

El tratamiento del pigmento con los polialcohilenglicoles citados se lleva a cabo de modo que el polialcohilenglicol se agrega en forma pura o disuelto en agua a una pasta o suspensión acuosa del pigmento. Después de la adición del componente orgánico, se seca la pasta o suspensión. El secado puede realizarse de la manera que se prefiera, por ejemplo, en una estufa de secado, a presión normal o reducida. Es especialmente ventajoso, secar la pasta en un secador por pulverización. El material seco se muele seguidamente en un molino de chorro. Ahora bien, la trituración puede llevarse a cabo también en un molino de rodillos o en



un molino de púas.

La adición, no obstante, puede hacerse al pigmento seco. Después del secado posiblemente llevado a cabo, tiene lugar una trituración.

Otra posibilidad de aplicación consiste en pulverizar la sustancia orgánica o su solución sobre el pigmento seco en el transcurso de una trituración al chorro de vapor.

Los ejemplos siguientes servirán para explicar el invento con más detalle. Han sido probadas las propiedades siguientes de los pigmentos obtenidos conforme al invento:

1º.- Poder de aclarado. El análisis se llevó a cabo conforme al "Official Digest", julio 1962 pág. 704 a 715, en especial 712 a 713.

2º.- Coeficiente de dispersión. El análisis se llevó a cabo conforme a "Farbe und Lack", 71º año, nº 8, 1965, pág. 632 a 643, en especial pág. 638 a 640; la concentración volumétrica del pigmento ascendió a 20%.

3º.- Dispersabilidad

El ensayo se realizó de la manera siguiente:

Mezclando 80 g de pigmento con 80 g de solución de dispersión, se preparó un material a moler. La solución de dispersión consistía en 71,4% en peso de aglutinante (composición del aglutinante: 70% de resina alquídica de soja media en aceite 30% de gasolina diluyente) y 28,6% en peso de gasolina diluyente. A continuación se agitó con un aparato de disco agitador durante 15 minutos en total, su-
biéndose la velocidad periférica del disco agitador, a partir



de 12 m/ segundo, en 2 m/ segundo al cabo de cada tres minutos. Después de 3, 9 y 15 minutos, se extrajeron muestras y se analizaron por el método de Hegman (H.A. Gardner y G.G. Sward, Paint Testing Manual, Physical and Chemical Examination Paints, Varnishes, Lacqueurs, and Colours, 12ª edición, 1962, página 243).

Los resultados de los análisis han sido recopilados en una tabla, a continuación de la descripción de los ejemplos.

Ejemplo 1ª:

Un pigmento de rutilo fué sometido, en suspensión acuosa, a un doble tratamiento ulterior con vidrio soluble y sulfato de aluminio. La suspensión del pigmento así obtenida, fué filtrada y lavada repetidas veces con agua desalinizada. La pasta con ello obtenida, que contenía aproximadamente 100 kg de pigmento, se mezcló con una cantidad tal de agua desalinizada, que presentó un contenido de materia sólida de aproximadamente 50%.

A esta suspensión se le agregó, por cada litro, 1 l de una solución acuosa con 600 g de tetraetilenglicol, lo que viene a corresponder a 0,6% de tetraetilenglicol, con relación al pigmento empleado. Después de esta adición, se agitó la suspensión durante una hora, y seguidamente se secó en un armario de secado al vacío, a aproximadamente 120°C. A continuación se molió el pigmento en un molino de chorre.

Ejemplo 1ª a:

Se repitió el ejemplo 1ª, a diferencia de que no se agregó tetraetilenglicol. El pigmento así obtenido mostró en todas las propiedades analizadas resultados peores



que el pigmento obtenido conforme al invento, de acuerdo con el ejemplo 1º.

Ejemplos 2º y 3º:

5 Se procedió del mismo modo que en el ejemplo 1º; en lugar de tetraetilenglicol, no obstante, se empleó trietilenglicol. Las cantidades agregadas ascendieron a 0,2 ó 0,8% de trietilenglicol, con relación al pigmento empleado.

10 Ya con una cantidad de 0,2% se observó una mejora de las propiedades analizadas.

Ejemplo 4º

15 Se procedió de manera correspondiente al ejemplo 1º, La adición consistió en trietilenglicol, que fué agregado en una cantidad de 0,6%. A diferencia de los ejemplos precedentes, se hizo pasar la suspensión de pigmento a través de un secador de pulverización. La cantidad de paso ascendió a 50 a 60 kg de pigmento por hora; la temperatura de salida del gas ascendió a 110º C.

Ejemplo 4ºa:

20 Se procedió del mismo modo que en el ejemplo 4º, si bien sin agregar sustancias orgánicas.

Ejemplo 5º.:

25 Un pigmento de rutilo tratado ulteriormente de la manera conocida con una solución de sulfato de titanilo y sulfato de aluminio, fué mezclado, en forma de pasta acuosa, con 0,4% de trietilenglicol, con relación al pigmento empleado. El secado se llevó a cabo de manera análoga al ejemplo 4º.

Ejemplo 5º a:

30 Se repitió el ejemplo 5º, pero sin agregar trietilenglicol.



Ejemplo 5^ab:

El pigmento del ejemplo 5^a fué mezclado en seco con 0,4% de trietilenglicol, con relación al pigmento empleado, y seguidamente se sometió a los análisis más arriba indicados.

Ejemplo 5^a:

Un pigmento de rutilo envuelto de la manera usual con los óxidos y/o hidróxidos del titanio, silicio y aluminio, fué molido después de seco, en un molino de chorro de vapor y, en el transcurso de este proceso de molienda, fué rociado con 0,7% de trietilenglicol, con relación al pigmento.

Ejemplo 6^a:

Se procedió de manera análoga al ejemplo 6^a, pero sin el rociado con la sustancia orgánica.

Tal como muestran los ejemplos, origina la adición de polialcoholenglicoles de cadena corta a pigmentos de dióxido de titanio, una mejora del poder de aclarado, del coeficiente de dispersión y de la dispersabilidad, independientemente de la clase de tratamiento previo del pigmento.

Las ventajas alcanzadas con el procedimiento de acuerdo con el invento se consiguen, no obstante, nada más que cuando se envuelve el pigmento con la sustancia orgánica. Una simple mezcla del pigmento terminado con el polietilenglicol no basta para conseguir una dispersabilidad mejorada (ejemplo 5^ab)

Si la sustancia orgánica, o bien su solución, es pulverizada sobre el pigmento seco durante su trituración al chorro de vapor, tal como en el ejemplo 6^a, entonces

29 DEC 1967



se alcanza todavía una mejora notable del poder de aclarado, pero en cambio es insignificante la mejora de la dispersabilidad.

Todos los pigmentos obtenidos sin la sustancia orgánica, salen peor parados en las propiedades analizadas que los productos obtenidos de acuerdo con el invento.

21.12.67

T A B L A

Ejemplo N°	Tratamiento inorgánico ulterior	Tratamiento orgánico ulterior	Cantidad en % (con relación al TiO ₂)	Poder de aclarado	Coefficiente de dispersión	Dispersabilidad	Observaciones
1	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	Tetraetilen glicol	0,6	1975	275	1 4,5 5,5	Armarío secador
1a	"	--	--	1820	253	0 2,5 4	"
2	"	Trietilen glicol	0,2	1865	258	0 3,5 5,25	"
3	"	"	0,8	1985	267	3 4,75 5,25	"
4	SiO ₂ /Al ₂ O ₃	Trietilen glicol	0,6	2000	278	2,5 5 5,75	Secador por pulverización
4a	"	--	--	1865	259	0 1,5 4,5	"
5	TiO ₂ /Al ₂ O ₃	Trietilen glicol	0,4	2045	294	2,5 4,5 5,25	Secador por pulverización
5a	"	--	--	1865	283	0 1 3	"
5b	"	Trietilen glicol	0,4	1995	290	0 0 1,5	Simple mezcla



21.12.67

6 19 1970

6	TiO ₂ /SiO ₂	Trietilenglicol	0,7	1975	no de-terminado	0	1,5	2	Rociado
6a	Al ₂ O ₃	---	---	1865	"	0	0	1	---

• F •

29 B



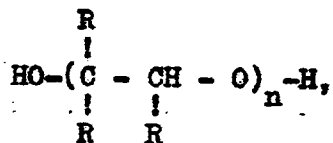


La presente solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana, con fecha 31 de Diciembre de 1966 bajo el Nº T. 32.912 IVa/22f se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años son los siguientes:

1.- Un procedimiento para mejorar la dispersabilidad y las propiedades ópticas de pigmentos de dióxido de titanio, recubriendo con una sustancia orgánica un pigmento de dióxido de titanio obtenido de una manera conocida cualquiera y, eventualmente, tratado ulteriormente con una sustancia inorgánica, caracterizado porque como sustancia orgánica se emplea un polialcoholenglicol de cadena, corta de la fórmula general.



siendo R = H o un radical alcohol inferior, y n un número entero de 2 a 4.

2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque como sustancia orgánica se

29 00



emplea trietilenglicol.

3.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque como sustancia orgánica se emplea tetraetilenglicol.

4.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el polietilenglicol se emplea en una cantidad de 0,1 a 2% en peso, con relación al pigmento utilizado.

5.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el pigmento de dióxido de titanio en seco, o bien la suspensión acuosa del pigmento, se mezcla con el polietilenglicol o con su solución acuosa, y a continuación se seca eventualmente de la manera conocida y se muele.

6.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el polietilenglicol o su suspensión acuosa se rocían sobre el pigmento seco durante la molienda al chorro de vapor.

7.- Un procedimiento para mejorar la dispersabilidad y las propiedades ópticas de pigmentos de dióxido de titanio.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sola cara.

29 DEC 1967

Madrid,

P.A.

[Handwritten signature]
Alberto de Euzkadi
P.A.

21.12.67

VHM.