

429909

23 OCT. 1974



P.- 58.414

JW/EJT/P.1957

Case No. 339

MEMORIA DESCRIPTIVA

C09C

para solicitar ~~PATENTE DE INVENCION~~

a nombre de BRITISH TITAN LIMITED

entidad británica

establecida en Haverton Hill Road, Billingham, Cleveland,  
Inglaterra

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE DIOXIDO DE  
TITANIO PIGMENTARIO"

(Clase Internacional C09c)

23 OCT 1974

Esta invención se refiere a pigmentos, y particularmente a pigmentos de dióxido de titanio que llevan un compuesto orgánico sobre su superficie.

5 Durante muchos años ha sido práctica usual tratar la superficie de las partículas de pigmentos de dióxido de titanio con óxidos, fosfatos y/o silicatos inorgánicos hidratados, para modificar las propiedades del pigmento cuando se incorpora, por ejemplo, en una pintura. También se ha empleado el tratamiento de las partículas  
10 con un compuesto orgánico para aumentar la dispersabilidad del pigmento en pinturas u otros medios.

Los pigmentos se han tratado, por ejemplo, con trietanolamina, que, aunque aumenta la dispersabilidad del pigmento en un medio de una pintura de base de aceite, da como resultado el que la pintura tenga un tiempo largo de secado. Otros agentes orgánicos corrientes de tratamiento de los pigmentos de dióxido de titanio son la pentaeritrita y el trimetilolpropano. Ambos, cuando se usan para tratar un pigmento de dióxido de titanio, aumentan la facilidad de dispersión del pigmento en un medio  
15 de pintura con base de aceite, pero cuando un pigmento tratado con trimetilolpropano se usa en aplicaciones para papel tiene tendencia a formar espuma con la pasta de papel o el recubrimiento, con el resultado de que en el papel acabado pueden aparecer poros minúsculos u otros defectos  
20  
25



tos al secarse.

Hasta ahora, la mayoría de los pigmentos de dióxido de titanio fabricados se han vendido en sacos de papel o recipientes similares, que han permitido que  
5 el pigmento absorba humedad de la atmósfera. Actualmente, el pigmento se entrega a los clientes a granel y en recipientes o barriles cerrados herméticamente, y durante el almacenamiento y el envío el pigmento no puede tomar humedad alguna. Se ha encontrado que este pigmento entregado a granel, que puede describirse como pigmento "seco",  
10 produce una pintura que tiene una opacidad reducida, particularmente cuando el pigmento se ha tratado con pentae-ritrita o trimetilolpropano.

Así pues, existe la necesidad de tratar  
15 los pigmentos de dióxido de titanio con un agente que facilite la dispersión del pigmento en un medio de pintura de base de aceite, reduciendo cualquier tendencia a formar espuma en las aplicaciones a papel, de minimizar el retraso en el secado, y de producir un pigmento que desarrolle toda su opacidad potencial sin que ello requiera la presencia de humedad asociada con el pigmento.  
20

Según la presente invención, un pigmento comprende dióxido de titanio pigmentario cuyas partículas llevan diisopropanolamina.

25 Se ha encontrado que un pigmento de dió-



5 xido de titanio que lleva diisopropanolamina es fácil de dispersar en un medio de pintura de base de aceite, produce una pintura que tiene un tiempo de secado y una opacidad aceptables aunque el pigmento se use en estado "seco", y no produce espuma en las aplicaciones a papel.

10 La diisopropanolamina es un sólido céreo, y se ha encontrado que la proporción de diisopropanolamina retenida por el pigmento puede ser de 0,05% a 2% en peso, con relación al paso de pigmento. Preferiblemente, la proporción es de 0,1% a 0,6% en peso.

15 El dióxido de titanio pigmentario puede ser el producido, por ejemplo, por cualquiera de los procedimientos al "sulfato", muy conocido, o el procedimiento del "cloruro". En este último procedimiento se oxida tetracloruro de titanio en estado de vapor a alta temperatura. El pigmento de dióxido de titanio puede estar presente bien en la configuración de anatasa o de rutilo.

20 Usualmente, el pigmento de dióxido de titanio, antes del tratamiento con la diisopropanolamina, habrá sido tratado con uno o más agentes inorgánicos de tratamiento superficial, de modo que la superficie del pigmento lleva uno o más óxidos de metales, un fosfato y/o un silicato hidratados. La superficie del pigmento puede llevar, por ejemplo, uno o más óxidos hidratados de titanio, aluminio, cerio, silicio, zirconio o zinc. La super

23 OCT 1974  


ficie puede llevar también un fosfato, tal como fosfato de aluminio, fosfato de zirconio, fosfato de titanio, o puede llevar un silicato, tal como silicato de aluminio. Si se desea, puede haber presente un recubrimiento de sílice hidratada, que se precipita en condiciones tales que el recubrimiento es no poroso, y produce un pigmento que tiene durabilidad mejorada. Haciendo precipitar, por ejemplo, la sílice hidratada a partir de una fuente de sílice "activa" a un pH de entre 8 y 11, se obtiene un recubrimiento no poroso de sílice hidratada, que encapsula las partículas de dióxido de titanio.

El pigmento de dióxido de titanio puede recubrirse simultáneamente con dos o más óxidos hidratados diferentes, o puede proveerse de dos o más recubrimientos sucesivos de iguales o diferentes óxidos hidratados. El pigmento puede tener, por ejemplo, un primer recubrimiento de una sílice no porosa, con un recubrimiento exterior de alúmina hidratada.

Los métodos empleados para la deposición de los recubrimientos de óxido metálico, fosfato y/o silicato hidratado son bien conocidos, y estos métodos implican usualmente la hidrólisis de un compuesto o un silicato metálico hidrolizable en una suspensión acuosa del pigmento.

Si se desea, y particularmente cuando el

23



pigmento de dióxido de titanio se prepara por oxidación en fase vapor de un tetrahalogenuro de titanio, las partículas pueden dotarse de un recubrimiento de óxido metálico no hidratado, tal como óxido de aluminio, óxido de titanio u óxido de silicio, en la corriente gaseosa que lleva las partículas de dióxido de titanio. Estos pigmentos de dióxido de titanio recubiertos pueden tratarse además por un procedimiento bien conocido de recubrimiento en "húmedo" para precipitar uno o más óxidos, fosfatos y/o silicatos hidratados.

La cantidad empleada usualmente de recubrimiento de óxido hidratado es desde 0,5 a 25% (en forma de óxido) en peso, basado en el peso de pigmento, pero las cantidades reales empleadas para cualquier pigmento dado se eligen conforme al uso particular deseado del pigmento. Por ejemplo, se ha encontrado que, para un pigmento que ha de usarse en pinturas de base de aceite, es conveniente tratar el pigmento de dióxido de titanio para depositar un óxido hidratado de un metal, en una cantidad de desde 0,5 a 6% (como óxido) en peso con relación al peso de pigmento. Para un pigmento que pueda usarse en una pintura acuosa, se ha encontrado que es deseable aumentar la cantidad de óxido hidratado de silicio hasta una proporción en el intervalo de, por ejemplo, 9 a 15% como  $\text{SiO}_2$  en peso con respecto a peso de pigmento, y aplicar también un recubrimien

23 OCT 1974

to de aluminio en una cantidad de, por ejemplo, 2 a 7% del peso de pigmento, como  $Al_2O_3$ .

5 Se ha encontrado que es preferible aplicar la diisopropanolamina al pigmento en una etapa posterior a cualquier proceso de molturación en húmedo. Durante la fabricación de los pigmentos de dióxido de titanio, es usual moler en húmedo el pigmento antes de recubrirlo con uno o más óxidos hidratados, y un procedimiento conveniente de molturación en húmedo es aquél en que el pigmento se hace pasar, en forma de una suspensión, a un molino que contiene un medio de molienda, tal como arena. Después, es usual clasificar el pigmento hidrodinámicamente, y después se somete al procedimiento deseado de recubrimiento con uno o más óxidos metálicos, un fosfato o un silicato, hidratados. El pigmento puede tratarse, en cualquier etapa posterior al procedimiento de molturación en húmedo, con la diisopropanolamina, aunque se ha encontrado que es particularmente ventajoso efectuar este tratamiento después de recubrir el pigmento con uno o más óxidos hidratados.

10

15

20

Por consiguiente, un procedimiento para el tratamiento de dióxido de titanio pigmentario comprende mezclar dióxido de titanio pigmentario con diisopropanolamina, posteriormente a cualquier proceso de molturación en húmedo del pigmento.

25



23 OCT. 1974

La manera más conveniente de tratar el pigmento de dióxido de titanio es añadir la diisopropanolamina al pigmento mientras éste está siendo molido con energía hidráulica. La molturación del pigmento con energía hidráulica se efectúa usualmente como última operación en su producción, y el pigmento es molturado con energía hidráulica en estado seco, haciendo entrar el pigmento en el molino juntamente con un medio molturador hidráulico, tal como vapor de agua o aire, de modo que el contacto de las partículas del pigmento entre sí efectúa la molturación al tamaño pigmentario final deseado.

Los pigmentos pueden someterse a uno o más procedimientos de molturación por energía hidráulica, y la diisopropanolamina puede añadirse al pigmento antes de que el pigmento entre en el molino de energía de fluido, bien en la primera etapa de molturación o en cualquier otra posterior. Se ha encontrado que es particularmente ventajoso molturar el pigmento con energía hidráulica dos veces, y añadir la diisopropanolamina al pigmento inmediatamente antes de la primera etapa de molturación.

La diisopropanolamina puede añadirse al pigmento en forma sólida, bien a mano o por medio de un alimentador adecuado, tal como un alimentador vibratorio, antes de entrar en el molino, o, alternativamente, la diisopropanolamina puede hacerse líquida, por ejemplo por fusión

23 OCT 1974

o por disolución en un disolvente tal como el agua, y aña  
dirse después el líquido al dióxido de titanio. Cuando la  
diisopropanolamina se añade en forma de una disolución,  
se ha encontrado que es ventajoso que la disolución conte  
5 ga de 50 a 90% en peso de diisopropanolamina. Durante la  
molturación por energía hidráulica, la elevada temperatu-  
ra realiza una distribución de la diisopropanolamina sobre  
la superficie de las partículas del pigmento, y el mate-  
rial orgánico queda retenido sobre el pigmento cuando és-  
10 te se descarga del molino.

Alternativamente, la diisopropanolamina  
puede añadirse al pigmento en cualquier etapa entre el  
procedimiento de molienda en húmedo y la operación de mol-  
turación por energía hidráulica. La disolución de diiso-  
15 propanolamina puede añadirse, por ejemplo, a una suspensión  
agitada de dióxido de titanio que se obtiene inmediatamen-  
te después del recubrimiento, y la diisopropanolamina se  
distribuye en toda la masa del pigmento por la acción de  
agitación. La suspensión se filtra después antes del se-  
20 cado y de la molturación por energía hidráulica. Alterna-  
tivamente, la diisopropanolamina puede añadirse directa-  
mente al pigmento de dióxido de titanio caliente obtenido  
del secador después del recubrimiento, por ejemplo rocian-  
do el material seco con diisopropanolamina líquida o una  
25 disolución de la misma.



23 OCT. 1974

Usualmente, la cantidad de diisopropanolamina retenida por el pigmento es una proporción importante de la cantidad añadida originalmente.

5 El pigmento de dióxido de titanio que lleva diisopropanolamina sobre la superficie de sus partículas es especialmente útil para la fabricación de pinturas de base de aceite. Por ejemplo, el pigmento puede usarse para pinturas basadas en resinas alquídicas con exceso de aceite de soja, resinas alquídicas de poliuretano y resinas alquídicas de aceite de silicio.

10

Es en este tipo de pintura basada en aceite en el que se observan todas las ventajas del empleo de los pigmentos de la invención, pero los pigmentos pueden usarse en pinturas o acabados industriales en emulsión acuosa, tales como los basados en resinas acrílicas o en plásticas en aplicaciones en papel. Una pintura de base de aceite puede contener, típicamente, de 25% a 50% en peso del pigmento.

15

Se ha encontrado que, cuando el pigmento se usa para fabricar una pintura basada en aceite, puede dispersarse fácilmente en el medio de la pintura. La pintura tiene un tiempo adecuado de secado, y el pigmento desarrolla toda su opacidad potencial aunque se use en estado "seco".

20

Además, cuando los pigmentos se usan en

25



23 OCT. 1974

aplicaciones en papel, no tienen tendencia a causar espuma en la pasta ni en la composición de recubrimiento.

La invención se ilustra en los Ejemplos siguientes.

5

Ejemplo 1

Se empleó un pigmento de dióxido de titanio rutilo que había sido preparado por el procedimiento del sulfato, y molido por un procedimiento de molturación en húmedo antes del recubrimiento. El pigmento se había recubierto con óxidos hidratados de titanio (1,5% en peso como  $TiO_2$ ), de aluminio (2,0% en peso como  $Al_2O_3$ ) y de silicio (1,1% en peso como  $SiO_2$ , que se había añadido antes de la etapa de molturación en húmedo en forma de silicato de sodio, para ayudar a la dispersión del pigmento), basándose todos los pesos en el peso total de pigmento. Después del recubrimiento, el pigmento se había secado.

10

15

20

25

Muestras del pigmento seco se sometieron después a una doble molturación en un molino de energía hidráulica, con varios compuestos orgánicos añadidos al pigmento inmediatamente antes de su introducción en el molino para la primera pasada. La cantidad de compuesto orgánico añadido era de 0,4% con relación al peso de pigmento. Los pigmentos se molturaron con energía de fluido en las siguientes condiciones de trabajo:



23 OCT. 1974

Velocidad de alimentación de pigmento: 227 kg/hora  
Caudal total de vapor 386 kg por hora  
Proporción vapor de agua/pigmento 1,7:1 para cada  
pasada  
5 Presión de vapor de agua de inyección 16,45 kg/cm<sup>2</sup>  
Presión del vapor de agua de moltura-  
ción 12,11 kg/cm<sup>2</sup>

10 Una muestra de pigmento se molturó por  
energía de fluido en condiciones similares sin adición  
del compuesto orgánico.

Los compuestos orgánicos particulares so-  
metidos a ensayo eran pentaeritrita (PE), trietanolamina  
(TEA), monoisopropanolamina (MIPA) y diisopropanolamina  
(DIPA).

15 La dispersabilidad, opacidad, tiempos de  
secado y tendencia a la espumación de los pigmentos obte-  
nidos se midieron como se describe más adelante. Los re-  
sultados de las medidas se muestra en la Tabla 1.

20

25

16.10.74

23 OCT 1974

TABLA 1

	<u>Compuesto Orgánico</u>	<u>Dispersabilidad</u>	<u>Opacidad (pigmento seco)</u>	<u>Secado Tiempo (horas)</u>		<u>Espumado Ensayo</u>
				<u>A</u>	<u>B</u>	
5	Ninguno	18 - 42	500,0	5	28,5	Pasa
	PE	10 - 20	491,5	6	-	"
	TEA	8 - 15	514,0	7	41	"
	MIPA	11 - 21	504,0	5	28	"
	DIPA	7 - 13	513,5	4,5	27	"

10

Como se observa, el tratamiento con diiso propanolamina produjo un pigmento que tenía una opacidad plenamente desarrollada aun estando seco, sin aumento alguno en el tiempo de secado en comparación con, o bien el pigmento exento de compuesto orgánico, o con el tratado con PE. La DIPA dió un pigmento con mejor tiempo de secado que la TEA, y con mejor opacidad, estando seco, que la MIPA y el PE.

15

20

Un pigmento que lleva trimetilolpropano produce una espuma estable durante 20 minutos en el ensayo de espumación, y sería insatisfactorio para uso en aplicaciones de papel.

25

La dispersabilidad se determinó usando un Aparato disolvedor Cowles (descrito, por ejemplo en "Organic Coating Technology" (Tecnología de los recubrimientos

orgánicos") Vol. II (Pigmentos y recubrimientos pigmentados) pags. 1010 a 1015, de H.F. Payne, y en "Modern Surface Coatings" (Recubrimientos superficiales modernos) de P. Nylen y E. Sutherland, pags. 542 y 543), en conjunción  
5 con una galga R.E.L. de finura de molienda (fabricada por Research Equipment (London) Ltd) que se calibró de 0 a 50 micras.

248 g del pigmento a ensayar se dispersaron en 93 g de una disolución, al 40% en trementina mineral, de una resina alquídica con exceso de aceite de soja  
10 modificada con pentaeritrita (BECKOSOL P470) durante 6 minutos en el Aparato disolvedor Cowles, y se añadieron otros 27 g de la disolución de resina al 40% durante los últimos 30 segundos de agitación. 85 g de la dispersión resultante  
15 se mezclaron después con otros 66 g de disolución de resina al 70% y 12,5 g de trementina mineral por molturación en cilindros durante 30 minutos. La pintura resultante se dejó reposar durante 1 hora (para desairearla) antes de ensayarla en la galga R.E.L. de la manera usual, descrita,  
20 por ejemplo, en la Especificación de Norma Británica N° 3900 Parte C6. Las cifras en el apartado "Dispersabilidad" indican los puntos sobre la galga (micrometros) entre los que dichas partículas separadas son visibles, y en números decrecientes desde las cifras más bajas a las más altas.  
25 En general, cuanto menores son las cifras mejor es la dis-



23 OCT. 1974

persión del pigmento en el medio de pintura en las condiciones tipo de dispersión.

La opacidad se midió como sigue.

5 El pigmento a ensayar se secó primero en una estufa a 110°C durante 16 horas para eliminar el H<sub>2</sub>O asociada, y 45 g de pigmento se mezclaron con 33 g de una base de molturación (que contenían 13 g de una disolución al 70% en trementina mineral, obtenible en el comercio, de una resina alquídica con exceso de aceite de soja modificada con pentaeritrita (BECKOSOL P470) y 20 g de trementina mineral). Esta mezcla se molturó en molino de bolas durante 16 horas, y se añadieron 78 g más de la disolución de resina al 70%, 6,4 ml de disolución secante de naftenato (preparada mezclando 83 g de una disolución de naftenato de cobalto que contenía 6% de cobalto, 208 g de una disolución de naftenato de plomo que contenía 24% de plomo, y 250 g de una disolución de naftenato de calcio que contenía 4% de calcio, y completando hasta un volumen total de 1 litro con trementina mineral), y 1,5 ml de metil-etil-cetoxi  
10 ma. Esta mezcla se homogeneizó a fondo por rodadura durante 2 horas en presencia de pequeñas bolas de vidrio.

15 Una muestra (140 g) de la mezcla así producida se mezcló a fondo con 10 ml de trementina mineral, y 25 ml de la pintura resultante se centrifugaron sobre un  
20 panel de vidrio de un tamaño de 10,2 cm x 10,2 cm. La pin-  
25

23 OCT 1974

tura se vertió sobre el centro del panel giratorio (a 459 r.p.m.) y la rotación se continuó durante 30 segundos.

5 A la pintura restante se le añadieron otros 3 ml de trementina mineral y se mezclaron a fondo, y se preparó otro panel de vidrio como se ha descrito anteriormente.

10 Se añadieron otros 2 ml de trementina mineral a la pintura restante, y se centrifugó ésta sobre un tercer panel de vidrio. Después de otra adición de 2 ml de trementina mineral a la pintura restante, se preparó un cuarto panel de vidrio. Los paneles producidos tenían películas de pintura de diferentes espesores, y se dejaron secar en ausencia de luz solar antes de someterlas a ensayo como se describe a continuación.

15 Las caras no recubiertas de los paneles se colocaron sobre una loseta de vidrio negro recubierta con glicerina (para mejorar el contacto óptico) y se midió la reflectancia en cinco puntos de la superficie por medio de un Colorímetro Harrison, usando el filtro verde. El  
20 Colorímetro Harrison se calibró con una superficie reflectante tipo antes de la primera medida y entre las medidas con cada panel.

25 Los paneles recubiertos se cortaron después sacando del centro de cada uno un cuadrado de aproximadamente 7 cm. Las dimensiones exactas de éste se midie-

  
23 OCT. 1974

ron con una regla calibrada en unidades de medio milímetro. Después se pesó, se separó la película de pintura, y el panel se pesó de nuevo, para obtener el peso de pintura sobre el panel.

5                   La densidad de la pintura se obtiene a partir de la densidad conocida de la resina seca no pigmentada y de la del pigmento, y a partir de estas dos cantidades, es decir el peso y la densidad, puede calcularse el espesor de la película existente sobre los paneles.

10                   Se calculó la media de las cinco medidas de reflectancia sobre cada panel, y estas cantidades se representaron gráficamente frente al recíproco del espesor de película de ese panel, dando una gráfica en línea recta para el pigmento en ensayo. A partir de las gráficas se  
15                   obtuvo la reflectancia para un espesor de película de 22 micras, y se tomó como opacidad. Esta es la cifra que se da en la Tabla 1.

                  El ensayo de tiempo de secado se efectuó como sigue:

20                   Una muestra de 45 g del pigmento en ensayo se mezcló con 33 g de una base de molienda que contenía 12 g de una disolución al 75%, disponible en el comercio, en trementina mineral, de una resina alquídica con exceso de aceite de linaza modificada con pentaeritrita (Paralac  
25                   10) y 21 g de trementina mineral. Esta mezcla se molturó

23 OCT 1974

5 en molino de bolas durante 16 horas, y se añadieron 1,6 g de una disolución secante de naftenato de cobalto (preparada mezclando 118,2 g de una disolución de naftenato de cobalto que contenía 6% de cobalto y 296 g de una disolución de naftenato de plomo que contenía 24% de plomo, y completando hasta un volumen total de 1 litro con trementina mineral). Esta mezcla se homogeneizó bien por rodadura durante 1 hora en presencia de pequeñas bolas de vidrio, y después se dejó reposar durante 1 hora (para que se desprendiera el aire).

10 Tres tubos de muestra se llenaron completamente con la pintura así obtenida, y los tapones se rosaron fuertemente en los tubos para impedir la formación de piel sobre la pintura. Los tubos se dejaron reposar después durante al menos 4 días antes de medir el tiempo de secado de la pintura. La pintura de uno de los tubos se extendió sobre tres placas portaobjetos de vidrio separadas, de 30,5 cm x 2,54 cm, usando un aplicador de pintura Beck-Koller que daba un espesor de película en húmedo de 0,38 mm.

15 Las placas portaobjetos se colocaron después sobre un registrador Beck-Koller del tiempo de secado, mantenido en una sala con una temperatura constante de 21°C y una humedad de 66%, y el registrador se puso en marcha sobre una escala que daba el desplazamiento total de las agujas en

20 22 horas. Las placas se retiraron al cabo de este período

25

16.10.74



5 y se hizo una marca sobre la placa en el punto en que la  
aguja ya no penetraba en la película de pintura. La lon-  
gitud de esta marca, desde el punto en que la aguja empezó  
a penetrar en la película de pintura representa el tiempo  
de secado en toda la masa de la película de pintura, y se  
10 midió usando la regla especial que se suministra con el  
registrador. La media de las cifras de tiempo de secado  
obtenidas en las tres placas se tomó como tiempo de secado,  
y los resultados se dan en la Columna A de la Tabla ante-  
dicha.

15 Usando pintura de uno de los dos tubos de  
muestra restantes se repitieron las medidas de tiempo de  
secado, excepto que en este caso el registrador se mantuvo  
en una sala a una temperatura constante de 5°C, y el regis-  
trador se puso en marcha sobre una escala que daba el des-  
plazamiento total de las agujas en 44 horas. Los resul-  
tados de estas medidas se dan en la Columna B de la Tabla  
antedicha.

20 La pintura del tubo de muestra restante  
quedaba disponible para una nueva determinación en el caso  
de que no hubiera reproducibilidad en las tres lecturas ini-  
ciales en cualquier conjunto de condiciones atmosféricas.  
En estas circunstancias, hubiera tenido que repetirse la  
totalidad de la serie, ya que el ensayo da sólo cifras com-  
25 parativas, pero los resultados obtenidos en este caso no

23 Oct. 1974

necesitaron repetición.

La tendencia a la formación de espuma de los pigmentos en sistemas acuosos se midió mezclando 5 g de cada pigmento con 100 ml de agua destilada en un cilindro de medida de 100 ml con tapón. El cilindro se agitó a mano durante aproximadamente 15 segundos, y se midió después el tiempo tardado en deshacerse la espuma. Si la espuma era estable durante más de 45 segundos, se consideraba que el pigmento había fallado en el ensayo.

10

#### Ejemplo 2

Se usó un pigmento de dióxido de titanio rutilo como se ha descrito en el Ejemplo 1. Unas muestras del pigmento seco se sometieron a una doble molturación por energía de fluido en un molino de energía de fluido, añadiéndose diversos compuestos orgánicos al pigmento inmediatamente antes de su introducción en el molino para la primera pasada. La cantidad de compuesto orgánico añadido era de 0,4% con relación al peso de pigmento.

20

Cierto número de muestras de los pigmentos se sometieron a ensayo por medio de los ensayos descritos en el Ejemplo 1, y los resultados se muestran en la Tabla 2.

25

16.10.74



23 OCT 1974

TABLA 2

	<u>Compuesto Orgánico</u>	<u>Dispersa bilidad</u>	<u>Opacidad (pigmento seco)</u>	<u>Secado Tiempo (horas)</u>	<u>Espumado Ensayo</u>
5				<u>A</u>	
	DIPA	8 - 17	515,5	4 3/4	Pasa
	DIPA	10 - 20	514,5	4	Pasa
	PE	9 - 18	503,0	4 3/4	Pasa
	PE	9 - 18	502,0	4 1/2	Pasa
10	TMP	8 - 17	506,0	4 3/4	Falla

Los resultados muestran que todos los aditivos orgánicos dieron una excelente dispersabilidad, pero la DIPA dió también mejor opacidad que el PE o el TMP, y no falló en ensayo de formación de espuma, como lo hizo el TMP. En este experimento, fué bueno el tiempo de secado de la pintura de todos los pigmentos. Un pigmento tratado con TEA disponible en el comercio, con idéntica constitución, tenía un tiempo de secado de 6,5 horas.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, el 22 de Septiembre de 1973, bajo el Nº 44538/73 (Provisional), se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

23 OCT 1974

REIVINDICACIONES

5                    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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10                    1ª.- Un procedimiento para el tratamiento de dióxido de titanio pigmentario con un compuesto orgánico, caracterizado por mezclar el dióxido de titanio pigmentario con diisopropanolamina después de cualquier proceso de molturación en húmedo del pigmento.


15                    2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado por tratar el dióxido de titanio pigmentario con la diisopropanolamina durante la molturación por energía hidráulica.

20                    3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado por añadir la diisopropanolamina al dióxido de titanio pigmentario en forma sólida, en forma de una masa fundida o en forma de una disolución, antes de entrar en el molino de energía hidráulica.

25                    4ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque la disolución es una disolución acuosa, y contiene de 50% a 90% en peso de la diisopro

16.10.74

- 22 -



23 OCT 1974

panolamina.

5 5ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª, 2ª ó 3ª, caracterizado porque el dióxido de titanio pigmentario es molido por energía hidráulica dos veces, y la diisopropanolamina se añade inmediatamente antes de la primera etapa de molturación por energía hidráulica.

10 6ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la diisopropanolamina se añade a una suspensión acuosa del dióxido de titanio pigmentario.

15 7ª.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 6ª, caracterizado porque el dióxido de titanio se recubre con uno o más óxidos metálicos, un fosfato o un silicato hidratados antes del tratamiento con la diisopropanolamina.

8ª.- Un procedimiento para el tratamiento de dióxido de titanio pigmentario.

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

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

Madrid,

P.A.

23 OCT. 1974

25

16.10.74

TM

- 23 -

Alberto de Elzaburu  
Por Poder.