

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	11	NUMERO	10 A1
	21	445754	
	22	FECHA DE REPRESENTACION	

(Case 3-9813+)

PATENTE DE INVENCION

60 PRIORIDADES:		
61 NUMERO	62 FECHA	63 PAIS
2760/75	5-3-75	Suiza
67 FECHA DE PUBLICIDAD	68 CLASIFICACION INTERNACIONAL	69 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C09B	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CONCENTRADOS DE PIGMENTO DE VISCOSIDAD REGULABLE"		
- 8 JUN. 1977		
71 SOLICITANTE	CONCEDIDA	
CIBA-GEIGY AG		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Basilea (Suiza)		
72 INVENTOR (ES)	Volkhard Wiese Dr. Hans Harald Gehrt	
73 TITULAR (ES)	CIBA-GEIGY AG	
74 REPRESENTANTE	D. JAIME ISERN CUYAS, Agente Oficial de la Propiedad Industrial	

MEMORIA DESCRIPTIVA

Conocida es la tinción de materiales sintéticos termoplásticos por medio de concentrados colorantes (conocidos también con el nombre de "masterbatch", procedente del uso idiomático inglés) o por medio de preparados de pigmento. Se procede de este modo siempre que en el procedimiento empleado de elaboración de los granulados de material sintético no es posible lograr con el uso de pigmentos puros para la tinción ninguna distribución suficiente del pigmento en el producto final. Tales concentrados colorantes se componen por lo general de pigmentos, predominantemente inorgánicos, y de un polímero del mismo carácter que el material que se ha de teñir. Los concentrados colorantes a base de pigmentos orgánicos contienen de ordinario concentraciones pequeñas de pigmento colorante.

Los pigmentos orgánicos en forma de polvo tienen normalmente una superficie específica mucho mayor que la de los pigmentos inorgánicos y manifiestan además diferencias mucho mayores de comportamiento durante la elaboración.

En particular, influyen en la llamada "viscosidad de fusión" de los polímeros altos en grado mucho más intenso que los pigmentos inorgánicos.

Los concentrados corrientes en el comercio que contienen como materia de soporte un polímero o una

cera se preparan por motivos prácticos con una concentración uniforme de pigmento para pigmentos que suelen ser muy diferentes en el comportamiento.

5. De ello resulta el inconveniente de que en la elaboración para obtener el producto final el polímero que se ha de teñir y el concentrado empleado para la tinción presenten viscosidades de fusión diferentes, lo cual perturba o incluso impide la consecución rápida de una tintura final homogénea. Se necesitan entonces operaciones suplementarias para alcanzar la homogeneidad deseada.

10. Otro inconveniente de los concentrados corrientes en el comercio debe verse en que cada uno es utilizable únicamente para un polímero perfectamente determinado y una tecnología determinada de elaboración. Esto impone un gran número de productos para el elaborador final.

15. El invento que aquí se expone se refiere a concentrados de pigmento regidos por la viscosidad que están en alto grado desprovistos de los defectos citados y que contienen

20. de 10 a 49 % de un pigmento,
de 2 a 40 % de una cera poliolefinica,
de 20 a 80 % de un copolimerizado de etileno-acetato
25. de vinilo y
de 0,5 a 10 % de ácido silícico coloidal.

Se prefieren los concentrados que contienen de 15 a 30 % de un pigmento,
de 5 a 20 % de una cera poliolefínica,
de 35 a 65 % de un copolimerizado de etileno-acetato
5. de vinilo y
de 3 a 8 % de un ácido silícico coloidal.

Los pigmentos que forman la base de los concentrados pueden ser, por ejemplo, de naturaleza inorgánica, como el hollín, el dióxido de titanio, el
10. óxido de hierro, el verde de óxido de cromo, el anaranjado de molibdato o el ultramarino.

No obstante, se prefieren los pigmentos orgánicos. Estos pueden pertenecer a las clases químicas más diversas. Cabe citar como ejemplos: pigmentos azoicos,
15. metínicos, azometínicos, ftalocianínicos, nitrosos, perinónicos, de derivados de ácido perilentetracarboxílico, dioxacínicos, tioindigoides, iminoisoindolinónicos o quinacridónicos, lo mismo que pigmentos de complejos metálicos de la más diversa naturaleza química. También
20. son utilizables mezclas de diversos pigmentos.

En calidad de copolimerizados de etileno-acetato de vinilo se emplean preferentemente los que tienen una proporción de acetato de vinilo de 15 a 40 %.

En calidad de ceras poliolefínicas se usan
25. preferentemente las que tienen un peso molecular de 500 a 10.000, y particularmente de 3.000 a 9.000.

Como ejemplos cabe señalar la cera de polietileno, de polipropileno o de poliisobutileno.

5. El tamaño de las partículas del ácido silícico coloidal o del dióxido de silicio se halla convenientemente entre 8 y 60 milimicras, y de preferencia entre 10 y 30 milimicras (nanómetro).

La preparación de los concentrados se realiza por mixturación íntima, y en particular amasadura, de los componentes.

10. Resulta especialmente ventajoso que los componentes sean convertidos en una mezcla homogénea en un aparato mezclador (por ejemplo, una mezcladora de reja de arado), a 50-400 revoluciones por minuto y durante 5 a 30 minutos, y se elabore dicha mezcla en una extrusora-amasadora de trabajo continuo, a temperaturas entre 120 y 260°, para formar un granulado.

15. Otro procedimiento preferido de preparación consiste en mezclar los componentes en una mezcladora de flúidos de gran velocidad, a 400-3.000 revoluciones por minuto y durante 2 a 20 minutos, y a continuación granular por medio de una extrusora de doble hélice con gran relación de longitud a diámetro y/o con elementos amasadores, a temperaturas entre 120 y 260°, y especialmente entre 160 y 240°.

20. Se obtienen concentrados en forma de granulos resistentes a la rotura y al frote, de forma y tamaño fáciles de regular y que pueden transportarse neumática-

25.

mente y almacenarse sin problemas. Se distinguen por una capacidad muy amplia de utilización. Mientras que la mayoría de los concentrados de pigmento que se hallan en el comercio sólo son aptos para teñir un polímero, los preparados de este invento pueden incluirse en los más diversos materiales sintéticos, particularmente en las poliolefinas, el cloruro de polivinilo, los copolímeros de poliestireno, las poliamidas y los poliésteres termoplásticos.

5.

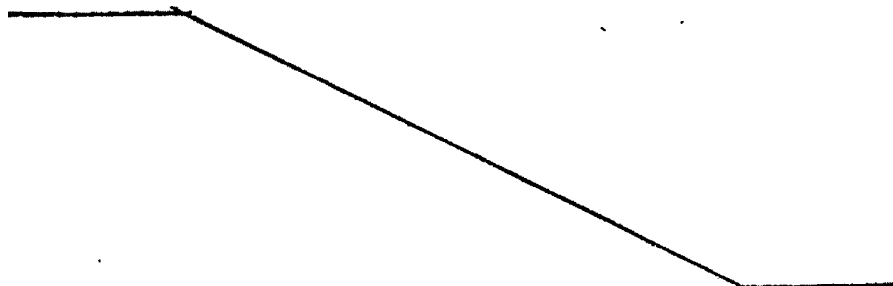
10.

Otra ventaja esencial de los concentrados de este invento consiste en que es posible ajustar al índice óptimo deseado la viscosidad de fusión mediante la variación de las proporciones de cera de poliolefina, rebajadora de la viscosidad, por una parte, y de gel de ácido silícico, incrementador de la viscosidad, por otra parte. Se puede así compensar la influencia, con frecuencia considerablemente diferente, de los pigmentos orgánicos en la viscosidad de fusión, lo cual permite establecer un surtido de concentrados de pigmento que se distingue por un comportamiento reológico uniforme.

15.

20.

En los ejemplos que siguen, mientras no se haga constar otra cosa, las partes significan partes en peso, y los porcentajes, porcentajes en peso; las temperaturas están expresadas en grados centígrados.



Ejemplo 1

En una mezcladora de reja de arado se mezclan durante 10 minutos 65 partes de un copolímero EVA (designación comercial: Microthene MU 760), 5 partes de una cera del tipo del polietileno (por ejemplo, cera PA 190-Plv.) y 10 partes de un dióxido de silicio coloidal con 20 partes del pigmento azoico C.I. n° 144 rojo.

Se amasa la mezcla en una amasadora continua sistema List a 120-180° C de temperatura de los cilindros y se la convierte en un granulado. El producto final tiene un índice de fusión de 32,6. Se mezclan en un tambor 2,5 partes del concentrado con 97,5 partes de un polietileno de MFI 2 y se convierte la mezcla en láminas en una extrusora. Resultan láminas de color homogéneo.

Ejemplo 2

En una mezcladora de reja de arado se mezclan durante 10 minutos con 20 partes del pigmento azoico C.I. 93 amarillo 65 partes de un copolímero EVA (designación comercial: Microthene MU 760), 10 partes de una cera del tipo del polietileno y 5 partes de un dióxido de silicio coloidal. Se amasa la mezcla en una amasadora continua sistema List, a temperaturas de 180-240° C, y se la convierte en un granulado.

El producto final tiene un índice de fusión de 28. Se mezclan 5 partes del concentrado con 95 partes

de un cloruro de polivinilo con índice K de 70 y una proporción de plastificante de 35 % y se lamina una hoja. Esta presenta tinción homogénea.

5. Para teñir polímeros en polvo es ventajoso desmenuzar hasta la forma de partículas necesaria los preparados obtenidos según los Ejemplos 1 ó 2, por métodos apropiados, preferentemente por molturación a temperatura baja.

Ejemplo 3

10. En una mezcladora de flúidos se mezclan durante 2 minutos 65 partes de un copolímero EVA (designación comercial: Microthene MU 760), 10 partes de una cera del tipo del polietileno y 5 partes de un dióxido de silicio coloidal con 20 partes del pigmento azoico C.I. 166 rojo. Se
15. amasa la mezcla en una amasadora continua de dos ejes (tipo Leistritz) a temperaturas de 140-180° C y se la convierte en un granulado. El producto final tiene un índice de fusión de 51. Se mezclan 5 partes del concentrado con 95 partes de un tereftalato de polietileno y
20. se hila la mezcla a 295° C en la extrusora. El hilo resultante presenta tinción uniforme, de altas propiedades de solidez.

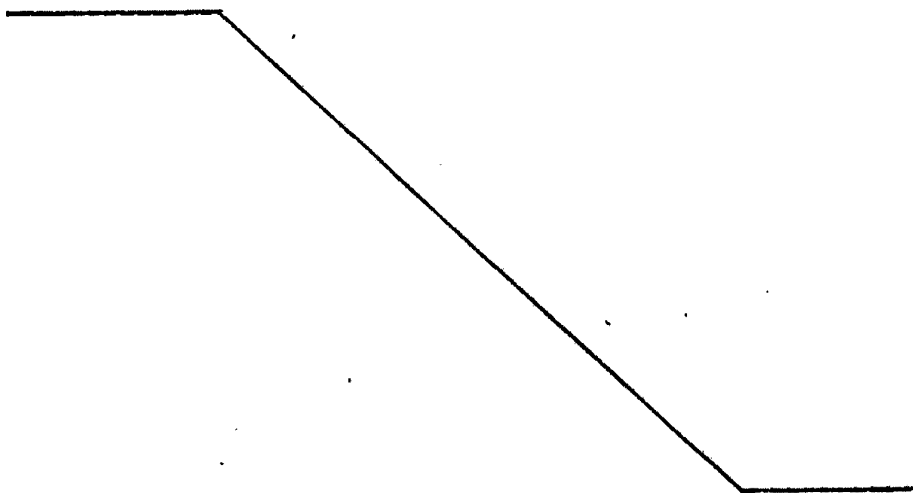
Ejemplo 4

25. En una mezcladora de reja de arado se mezclan durante 10 minutos 57,5 partes de un copolímero

5. EVA (designación comercial: Microthene MU 760), 17,5 partes de una cera del tipo del polietileno y 5 partes de un dióxido de silicio coloidal con 20 partes del pigmento ftalocianínico C.I. 15 azul. Se amasa la mezcla en una amasadora continua (sistema List) a temperaturas de 160-200° C y se la convierte en un granulado. El producto final tiene un índice de fusión de 35. Se mezcla 1 parte del concentrado con 99 partes de una poliamida y se extruye la mezcla en una máquina helicoidal de fundición inyectada.
10. Resultan piezas azules de tinción homogénea.

Ejemplos 5 a 14

15. La tabla que sigue presenta a base de tres pigmentos como es posible, de una parte, rebajar el índice de fusión ("melt flow index", abreviadamente "MFI") mediante el aumento del contenido de ácido silícico y, de otra parte, incrementar el índice de fusión mediante el aumento de la proporción de cera.



N°		C.I.	C.I.	C.I.	
		Pigmento rojo 144	Pigmento verde 7	Pigmento negro 7	
		MFI ₅ *	MFI ₅	MFI ₅	
5.	5	80 partes de copolí- mero EVA 20 partes de pigmento	42,3	33,9	-
	6	75 partes de copolí- mero EVA 20 partes de pigmento 5 partes de SiO ₂ coloidal	35,6	25,6	-
10.	7	70 partes de copolí- mero EVA 20 partes de pigmento 10 partes de SiO ₂ coloidal	24,1	20,5	-
	8	75 partes de copolí- mero EVA 20 partes de pigmento 5 partes de cera PE	47,5	41,3	-
15.	9	70 partes de copolí- mero EVA 20 partes de pigmento 10 partes de cera PE	58,7	51,4	-
	10	60 partes de copolí- mero EVA 20 partes de pigmento 20 partes de cera PE	86,8	80,1	-
20.	11	60 partes de copolí- mero EVA 40 partes de pigmento	-	-	4,5
	12	50 partes de copolí- mero EVA 40 partes de pigmento 10 partes de cera PE	-	-	4,7
25.	13	40 partes de copolí- mero EVA 40 partes de pigmento 20 partes de cera PE	-	-	10,2
	14	20 partes de copolí- mero EVA 40 partes de pigmento 40 partes de cera PE	-	-	19,3

*) Medido según ASTM 1238-62

Ejemplo 15

5. En una mezcladora de reja de arado se mezclan durante 15 minutos a 100 revoluciones por minuto 325 kg de un copolímero EVA (designación comercial: Microthene MU 760), 50 kg de una cera del tipo del polietileno y 25 kg de un ácido silícico coloidal con 100 kg del pigmento disazoico C.I. 93 amarillo. Se amasa la mezcla en una amasadora de discos y dos ejes, a temperaturas entre 100° C y 250° C, y se la convierte en un granulado.
10. El producto final tiene un índice de fusión de 47. Se mezclan 2 partes del concentrado con 98 partes de un copolímero de estireno-butadieno y se extruye la mezcla formando una placa. La pieza extruída presenta coloración uniforme.
15. = . =
- N O T A
20. Descrito el objeto del presente invento se declaran nuevas y de propia invención, las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 2760/75 del 5 de Marzo de 1975.
25. 1. Procedimiento para la preparación de concentrados de pigmento de viscosidad regulable, caracterizado en su realización por combinarse en fase sólida, mediante un sistema homogeneizador preferentemente accionado a 50-3.000 rpm. y durante un intervalo variable de 2 a 30 minutos en relación inversa a la velocidad del sistema homogeneizador, proporcionas en peso comprendidas entre 10 y 49 partes de un pigmento con 2 a 40 partes de una cera de poliolefina, 20 a 85 partes de un copolimerizado de etileno-acetato de vinilo y 0,5 a 10 partes de un ácido silícico coloidal convenientemente microni-

zado entre 8 y 60 milimicras, y hacer pasar la combinación formada por una fase semisólida sometiéndola a un tratamiento térmico entre 120° y 260°C, para ser granulada por medios convencionales.

5. 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por seleccionarse para su realización en calidad componente cera de poliolefina, una cera de polietileno, de preferencia con un peso molecular de 3.000 a 9.000.
10. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por seleccionarse para su realización en calidad de componente copolimerizado de etileno-acetato de vinilo el que presenta una proporción de acetato de vinilo de 15 a 40 %.
15. 4. Procedimiento para la preparación de concentrados de pigmento de viscosidad regulable.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 12 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 4 Marzo 1976

P. a.

JAIME ISERN

P. P.

Firmado: JOSE F. NIETO.