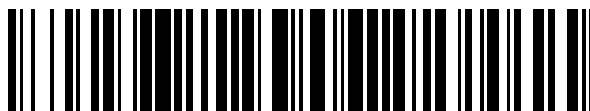


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 855**

51 Int. Cl.:  
**C09C 1/04** (2006.01)  
**C09C 1/24** (2006.01)  
**C09C 1/34** (2006.01)  
**C09C 1/36** (2006.01)  
**C09C 1/44** (2006.01)  
**C09C 3/04** (2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09168974 .5**  
96 Fecha de presentación: **28.08.2009**  
97 Número de publicación de la solicitud: **2159266**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **03.03.2010**

54 Título: **Granulados de pigmento que contienen coadyuvantes de filtración inorgánicos**

30 Prioridad:  
**01.09.2008 DE 102008045121**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**04.05.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**04.05.2012**

73 Titular/es:  
**LANXESS Deutschland GmbH**  
**51369 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es:  
**Friedrich, Holger;**  
**Kunstmann, Herbert;**  
**Chlopek, Krzysztof y**  
**Kischekewitz, Jürgen**

74 Agente/Representante:  
**Carpintero López, Mario**

ES 2 379 855 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Granulados de pigmento que contienen coadyuvantes de filtración inorgánicos

La presente invención se refiere a granulados de pigmento que contienen coadyuvantes de filtración inorgánicos, así como a procedimientos para su preparación y a su uso para la coloración de materiales de construcción unidos por cal y/o cemento, asfalto, pinturas, barnices, papel o plásticos.

El procesamiento de granulados de pigmento requiere una molienda de los pigmentos en partículas primarias para conseguir la impresión de color óptima. Los polvos formados de esta manera forman mucho polvo y debido a su finura de partículas tienden a adherirse y a pegarse a envases, partes de las máquinas y plantas de dosificación. Por tanto, en sustancias toxicológicamente peligrosas, en el procesamiento deben tomarse medidas para evitar un peligro a personas y el medioambiente debido a los polvos formados. Pero en sustancias inocuamente inertes como, por ejemplo, pigmentos de óxido de hierro también es cada vez más deseado por el mercado evitar la carga de polvo.

Por tanto, el evitar el polvo y la dosificación mejorada debido a buenas propiedades de flujo para conseguir una impresión de color cualitativamente homogénea en la aplicación en materiales de construcción y medios orgánicos es el objetivo en la manipulación de pigmentos. Este objetivo se alcanza más o menos por la aplicación de procedimientos de granulación a los pigmentos.

En principio, el mercado requiere granulados de pigmento, independientemente del procedimiento de preparación del que procedan, con dos propiedades en dirección opuesta: estabilidad mecánica del granulado y buenas propiedades de dispersión en el medio usado. La estabilidad mecánica es responsable de las buenas propiedades de transporte tanto en el transporte entre fabricante y usuario como también de la buena dosificación y propiedades de flujo en el uso de los pigmentos. Se provoca por la alta fuerza de adherencia y depende, por ejemplo, de la cantidad y el tipo de aglutinante. Por otra parte, la dispersabilidad se influye por una buena molienda antes de la granulación (molienda en húmedo y en seco), por la energía mecánica en la incorporación en el medio de aplicación respectivo (fuerzas de cizallamiento) y por los coadyuvantes de dispersión que reducen inmediatamente las fuerzas de adherencia en el granulado en la incorporación en un medio. Para conseguir la impresión de color óptima se necesita un fraccionamiento de los granulados de pigmento en partículas primarias. En pigmentos inorgánicos, la aplicación de mayores cantidades de coadyuvantes de dispersión está limitada debido a la relación de costes de coadyuvante/pigmento. Además, una alta proporción de coadyuvante proporciona una reducción correspondiente del poder colorante o del poder cubriente. Como las oscilaciones del poder colorante, por ejemplo, en la coloración de materiales de construcción se encuentran en general por debajo del  $\pm 5\%$ , el uso de aditivos también está limitada, incluso cuando éstos actúen al mismo tiempo de promotor de la adhesión y coadyuvante de dispersión. Los aditivos tampoco deben modificar desventajosamente las propiedades de uso de los productos finales teñidos con ellos como, por ejemplo, materiales de construcción, asfalto, plásticos, pinturas y barnices, por ejemplo, en el hormigón la resistencia a la compresión o el comportamiento de solidificación, en el asfalto la resistencia a la compresión o la resistencia a la abrasión y en plásticos la resistencia o la resistencia al impacto con probeta entallada, en elastómeros (polímeros) las propiedades elásticas y en pinturas y barnices las propiedades reológicas. Las proporciones solubles en agua serán muy bajas en los pigmentos en general y en los granulados de pigmento en particular, debido a que las proporciones solubles en agua pueden conducir a problemas en evidentemente todos los medios de aplicación.

Para la coloración de materiales de construcción como, por ejemplo, artículos de hormigón, los pigmentos todavía se usan en parte en estado pulverulento. En forma molida tienen la ventaja de la buena capacidad de dispersión. La distribución completa y homogénea de aquellos polvos de pigmento se realiza en la hormigonera en un corto tiempo, generalmente en el transcurso de pocos minutos. La desventaja de estos polvos finos radica en que no presentan buen comportamiento de flujo y durante el almacenamiento frecuentemente se aglomeran y conglomeran. Se pegan a envases y partes de las máquinas, por lo que se dificulta la dosificación exacta en el procesamiento. Otra desventaja de los polvos radica en que tienden a la formación de polvo.

El evitar el polvo y la dosificación mejorada en la aplicación de pigmentos para la coloración de materiales de construcción es un objetivo prioritario. Desde finales de los años 80 este objetivo se ha alcanzado más o menos mediante la aplicación de procedimientos de granulación a los pigmentos. Los procedimientos de granulación de este tipo son, por ejemplo, peletización o granulación por secado por pulverización.

La granulación por secado por pulverización parte de suspensiones de pigmento a las que se añaden aglutinantes de granulados. La granulación según el procedimiento de secado por pulverización se realiza en paralelo o en contracorriente mediante boquillas de uno o dos materiales o mediante secadores atomizantes, generándose granulados con un tamaño medio de partícula de 50 a 500  $\mu\text{m}$ . Los procedimientos correspondientes se describen en numerosos derechos de protección y son conocidos para el experto. En estos procedimientos se usan

principalmente aglutinantes solubles en agua. Así, por ejemplo, en el documento DE 3 619 363 A1 se parte de sustancias orgánicas como lignosulfonatos, condensados de formaldehído, ácidos glucónicos, poliglicoléteres sulfatados. Las sustancias actúan en las mezclas de hormigón de licuefactores. Influyen en la relación de agua/cemento y repercuten en la consistencia del hormigón.

5 Según la exposición del documento DE 41 19 667 A1 también pueden usarse sales inorgánicas como, por ejemplo, fosfato, cloruro y sulfato de cationes de los dos primeros grupos principales del sistema periódico. La cantidad de sales ligeramente solubles añadidas asciende al 0,05 al 5 % en peso referido al pigmento. Como ya se ha mencionado anteriormente, las proporciones solubles en agua en un granulado de pigmento serán lo más bajas posibles. También es desventajosa la adición explícita de una sal ligeramente soluble, que luego entra casi  
10 completamente en las proporciones solubles en agua. Además, la adición de cloruros es desventajosa cuando el granulado de pigmento deba usarse para la coloración de hormigón armado, ya que los iones cloruro fomentan la corrosión.

La granulación por pulverización requiere el uso de suspensiones muy fluidas, es decir, de baja viscosidad, debido a la formación de gotas. Como para el proceso de secado tiene que evaporarse una gran cantidad de agua, el  
15 procedimiento consume mucha energía y tiene que usarse ventajosamente sobre todo cuando los pigmentos que van a granularse se encuentran en la fase húmeda, por ejemplo, en una suspensión acuosa o pasta debido al proceso de preparación de pigmentos. En los pigmentos que se prepararon por un proceso de preparación en seco, por ejemplo, un proceso de recocado, la granulación por pulverización significa una etapa de procedimiento adicional, ya que el pigmento que ya se encuentra en estado seco debe suspenderse de nuevo en agua y secarse.

20 La peletización a partir de polvos de pigmento puede realizarse en mezcladoras con alta turbulencia, en el procedimiento de lecho fluidizado o también en platos giratorios (platos de peletización) o tambores giratorios (tambores de peletización). Todos estos procedimientos tienen en común que la necesidad de aglutinantes, principalmente de agua, es grande, de manera que como etapa de procedimiento adicional debe seguirle un secado. En la peletización también se obtienen granulados de diferente tamaño, especialmente cuando no está disponible suficiente aglutinante para la cantidad de polvo o la distribución real no es óptima. Entonces, una cierta proporción de partículas granulares puede ser demasiado grande, mientras que por otra parte también están presentes proporciones todavía demasiado pequeñas y, por tanto, que todavía forman polvo. Por tanto, es necesaria una clasificación de los granulados formados con una recirculación de la granulación superior e inferior. La granulación en un plato giratorio (plato de peletización) conduce a un amplio espectro de tamaños de partícula. Aunque esto no  
25 se desea debido a la mala dispersabilidad de las partículas granulares que son demasiado grandes, el proceso de granulación debe seguirse por supervisión personal intensiva y la preparación de granulados optimizarse por control manual de la cantidad de núcleos. A este respecto, normalmente también se realiza una clasificación con recirculación de la granulación superior e inferior.

Además de la peletización y la granulación por secado por pulverización, en el estado de la técnica también se han descrito otros procedimientos de granulación. Así, por ejemplo, en el documento EP 0 507 046 A1 se da a conocer una combinación de pulverización y peletización. En los últimos años también han podido imponerse cada vez más en el mercado granulados briquetados y comprimidos para la coloración de materiales de construcción. En los documentos DE 196 38 042 A1 y DE 196 49 756 A1 se describen granulados de pigmento inorgánicos de pigmentos secos, por ejemplo, material acabado, mediante mezcla con uno o varios coadyuvantes, compactación y otras etapas sucesivas como trituración, tamizado y recirculación de gruesos y/o finos. Los granulados obtenidos pueden involucrarse con una capa adicional que sirve para elevar la estabilidad o como ayuda en el procesamiento. Estos granulados tienen entretanto gran éxito comercial en la coloración de materiales de construcción. Como coadyuvantes pueden usarse tanto coadyuvantes inorgánicos como también orgánicos. Los coadyuvantes inorgánicos usados son sales esencialmente solubles en agua, mientras que como coadyuvantes orgánicos se  
40 consideran distintos tipos de aceites. Todos estos aditivos pueden lavarse (extraerse o eluirse) más o menos rápido con agua. Naturalmente, no se desea este estado debido a que el coadyuvante liberado puede llegar al medioambiente o al medio de aplicación respectivo, donde luego no pueden excluirse daños, especialmente cuando se usan aceites como coadyuvantes.

En el documento DE 43 36 613 A1 se describen granulados de pigmento inorgánicos de pigmentos secos, por ejemplo, material acabado mediante mezcla con aglutinantes, compactación y otras etapas sucesivas como granulación sobre un granulador de tamiz y una peletización posterior sobre un plato giratorio o en un tambor giratorio. Los granulados de pigmento preparados de esta manera son adecuados para la coloración de materiales de construcción como hormigón o asfalto. En este procedimiento se usan como aglutinantes agua o disoluciones acuosas. También pueden usarse aglutinantes insolubles en agua como, por ejemplo, aceites.

55 En el documento DE 43 36 612 A1 se describe un procedimiento de varias etapas para la preparación de granulados de pigmento inorgánicos a partir de pigmentos secos mediante la adición de aceites. Los granulados de pigmento

preparados de esta manera son adecuados para la coloración de plásticos y para la preparación de barnices en polvo.

5 Los granulados de pigmento inorgánicos que son adecuados para la coloración de plásticos o barnices, así como para la preparación de pinturas de dispersión acuosas o pastas de matizado, también se mencionan en el documento DE 197 04 943 A1. Describe granulados de pigmento inorgánicos, entre otros para la coloración de materiales de construcción, barnices y plásticos y para la preparación de pinturas de dispersión acuosas, pastas de matizado y suspensiones. Los granulados contienen uno o varios coadyuvantes solubles en agua, hidrófilos o hidrófobos/hidrófilos, líquidos a 25 °C, o mezclas líquidas a 25 °C de coadyuvantes solubles en agua, hidrófilos o hidrófobos/hidrófilos en una cantidad del 0,1 al 10 % en peso. Para la preparación de estos granulados se mencionan distintos procedimientos de preparación, entre otros peletización y granulación por secado por pulverización, así como un procedimiento de compactación. Aquí también es desventajosa la adición de coadyuvantes solubles en agua que luego permanecen sobre el granulado y entran en las proporciones solubles en agua.

15 El documento WO 2008/012245 A2 da a conocer una preparación de pigmento mediante la mezcla de una preparación de pigmento sólida (A) con otros coadyuvantes/aditivos. La preparación de pigmento (A) está constituida por pigmentos inorgánicos y/u orgánicos que se mezclan con cargas como silicatos (por ejemplo, kieselnur). La preparación de pigmento (A) que está presente en forma granulada con un tamaño medio de grano de 100-1000 µm y un contenido de agua residual de < 5 % en peso contiene la carga en una concentración de hasta el 95 % en peso, encontrándose los tamaños de partícula entre 1 y 300 µm.

20 El documento WO 01/55264 A2 da a conocer granulados de pigmento para la coloración de, entre otros, materiales de construcción que se preparan usando pigmentos inorgánicos (por ejemplo, óxidos de hierro, pigmentos de negro de humo), aglutinantes (por ejemplo, lignosulfonato) y dispersantes para sistemas polares. Como dispersantes se usan, entre otros, silicatos o aluminatos.

25 El documento DE 100 03 248 A1 da a conocer un granulado de pigmento para la coloración de medios apolares como asfalto, betún, sustancias bituminosas, brea y plásticos que se preparan a partir de una mezcla que comprende pigmentos, al menos un agente que fomenta la coloración y la distribución del pigmento en medios apolares y/o al menos un dispersante para sistemas polares, así como dado el caso disolventes. El agente que fomenta la coloración y la distribución del pigmento en medios apolares se seleccionará preferiblemente del grupo de las ceras. A este respecto se trata de ceras de origen natural o sintético. Preferiblemente se usan ceras sintéticas como ceras de polialquileño, ceras de polietileno, ceras de polietilenglicol, ceras de parafina, ceras de estireno-acrilato, ceras de politetrafluoroetileno y similares. Al igual que el documento DE 197 04 943 A1, el documento DE 100 03 248 A1 también describe varios procedimientos de preparación de granulados. Pero a este respecto sólo se trata de los procedimientos ya anteriormente mencionados como, por ejemplo, procedimientos de compresión y briquetado, granulación según el procedimiento de secado por pulverización, granulación en lecho fluidizado o peletización. Fundamentalmente, las ceras descritas en el documento DE 100 03 248 A1 ya se han mencionado desde el punto de vista de su naturaleza química en otros derechos de protección. Se trata de compuestos orgánicos, los granulados preparados sólo pueden usarse para la coloración de medios apolares.

40 En el anterior estado de la técnica también se han descrito numerosos granulados de pigmento que pueden prepararse según diferentes procedimientos. Casi siempre se usan coadyuvantes orgánicos sólidos o líquidos para la granulación. Frecuentemente, los coadyuvantes orgánicos también son solubles en agua. Pero si también se añaden coadyuvantes inorgánicos, principalmente se añaden en forma de disoluciones salinas acuosas. La desventaja de estas sustancias radica en que se lavan (extraen o eluyen) más o menos rápidamente con agua. Naturalmente, no se desea este estado debido a que el coadyuvante extraído o eluido puede llegar o al medioambiente o al medio de aplicación respectivo, donde luego no pueden excluirse daños. Los coadyuvantes orgánicos representan sustancias extrañas en sistemas puramente inorgánicos como, por ejemplo, hormigón, que pueden influir negativamente en las propiedades, o no pueden predecirse sus repercusiones.

50 En el documento DE 39 18 694 A1 se dan a conocer microgranulados para la coloración de materiales de construcción que se preparan a partir de una suspensión acuosa de uno o varios pigmentos, así como compuestos de boro, aluminio, silicio, titanio, cinc y/o estaño. Los compuestos se encuentran preferiblemente en forma de óxidos y/o hidróxidos y son boratos, aluminatos, silicatos, titanatos, cincatos o estannatos. Los compuestos pueden añadirse en forma de sus disoluciones, como coloides o también como suspensiones en todo el proceso de preparación de los granulados, incluso también en la formación del propio pigmento. No obstante, en los ejemplos dados a conocer, la mayoría de los compuestos solubles en agua se usan en forma de sus disoluciones como, por ejemplo, vidrio soluble o aluminato de sodio, o se usan compuestos líquidos como éster tetraetilico de ácido silícico u ortotitanato de tetraetilo. Es desventajosa la adición de disolución de vidrio soluble o aluminato de sodio o también de éster tetraetilico de ácido silícico, que se descompone en disolución acuosa en el procedimiento de secado por

pulverización descrito dando ácido silícico que luego condensa, ya que los granulados muestran un efecto de envejecimiento muy marcado. La dispersabilidad empeora en el transcurso de algunas semanas o meses. Este efecto de envejecimiento es apenas predecible, ya que, entre otras cosas, depende de la temperatura de almacenamiento de los granulados.

5 Recientemente también se han propuesto granulados con aglutinantes inorgánicos insolubles en agua. Así, en el documento US 6.596.072 B1 se añade arcilla hidrófila, preferiblemente puzolanas, como aglutinante.

El documento DE 103 19 483 A1 da a conocer un concentrado de pigmento dispersable, entre otras cosas, para la coloración de materiales de construcción como hormigón que contiene por lo menos un pigmento, así como dado el caso aglutinante, dispersante y humectante, con un contenido de un coadyuvante de descomposición que en contacto con el agua (en cantidad suficiente) produce la descomposición esencialmente completa de la estructura primaria del concentrado con liberación del pigmento en el transcurso de un minuto sin acción mecánica. Según la exposición del documento DE 103 19 483 A1, los concentrados de pigmento de este tipo se dispersan muy rápidamente y completamente. Como coadyuvantes de descomposición se usan preferiblemente fibras de celulosa insolubles en agua con un tamaño de partícula entre 10 y 2000  $\mu\text{m}$ . Los granulados de pigmento obtenidos serán adecuados para la coloración de materiales de construcción como hormigón, de plásticos y resinas sintéticas y de pinturas y barnices. Sin embargo, los granulados de pigmento con grandes partículas de fibras de celulosa son, desde el punto de vista práctico, completamente inadecuados para la coloración de pinturas, barnices y plásticos. En la granulación según el procedimiento de secado por pulverización, fibras de celulosa insolubles grandes conducen a dificultades debido a que la suspensión de pigmento que contiene fibras de celulosa se pulveriza por una boquilla muy fina. Ésta se obstruye y se atasca en una duración de operación prolongada. Por tanto, la adición de fibras de celulosa no es igualmente adecuada para cualquier procedimiento de preparación. Otra desventaja en el uso de celulosas es su clasificación como sustancias peligrosas por explosión de polvo. Las celulosas están clasificadas en la clase de explosión de polvo 1, de manera que en su almacenamiento y en la manipulación en el proceso de granulación deben cumplirse elevados requisitos de seguridad. Este aspecto de seguridad es aplicable a todos los sólidos orgánicos de partículas finas. El uso de un disgregante en la preparación de granulados de pigmento ya se ha dado a conocer en el documento DE 197 31 698 A1. Describe el uso de disgregantes en la preparación de granulados que serán adecuados para la coloración de materiales de construcción o asfalto. En el caso de un disgregante se trata la mayoría de las veces de polímeros fuertemente hidrófilos con una capacidad de absorción correspondientemente grande para agua. Un granulado de este tipo no se dispersaría suficientemente rápido y bien en una mezcla de asfalto ya que en el procesamiento de asfalto no está presente agua en absoluto. En los documentos DE 100 02 559 B4 y DE 100 66 190 B4 también se da a conocer el uso de disgregantes en la preparación de granulados.

La presente invención se basó en el objetivo de proporcionar granulados de pigmento fluidos, que no produjeran polvo y bien dispersables evitando aditivos desventajosos. Preferiblemente, los granulados de pigmento se descompondrán en contacto con agua (en cantidad suficiente) en un corto tiempo sin acción mecánica, produciéndose esencialmente la descomposición completa de la estructura primaria de las partículas granulares con liberación del pigmento.

Sorprendentemente, la solución del objetivo planteado se alcanza de manera muy excelente por medio de un granulado de pigmento que contiene uno o varios pigmentos inorgánicos y/u orgánicos y al menos un coadyuvante de filtración inorgánico.

Preferiblemente, el granulado de pigmento según la invención se descompone en contacto con agua (en cantidad suficiente, es decir, en claro exceso) en el transcurso de menos de un minuto, con especial preferencia en el transcurso de menos de 30 segundos, sin acción mecánica, produciéndose esencialmente la descomposición completa de la estructura primaria de las partículas granulares con liberación del pigmento.

45 Por "granulado" se entiende en el contexto de la invención cualquier material cuyo tamaño medio de grano se ha aumentado en comparación con los materiales de partida por una etapa de tratamiento. Por tanto, "granulado" comprende no sólo granulados de pulverización y granulados de compactación (granulados comprimidos o briquetados), sino también, por ejemplo, productos de un tratamiento en mojado o en húmedo con posterior trituración, y productos de etapas de procesamiento en seco o esencialmente en seco, por ejemplo, granulados preparados en seco, briquetas y similares.

Por coadyuvantes de filtración se entiende sustancias que hacen posible una formación lo más rápida posible de una torta de filtración en la filtración de suspensiones de partículas muy finas o difícilmente filtrables. Debido a su presencia, en la torta de filtración resultan muchos capilares que son suficientemente pequeños para retener los sólidos, pero también suficientemente numerosos para hacer posible una permeabilidad óptima.

55 Son especialmente adecuados aquellos coadyuvantes de filtración inorgánicos que son prácticamente insolubles a

20 °C en agua. Preferiblemente, su solubilidad en agua a 20 °C en agua neutra se encuentra en menos del 3 % en peso, con especial preferencia en menos del 0,5 % en peso. Por tanto, los coadyuvantes de filtración inorgánicos son prácticamente insolubles en agua y, por tanto, no contribuyen a la elevación de las proporciones solubles en agua en el granulado de pigmento.

- 5 El granulado de pigmento según la invención contiene preferiblemente como coadyuvantes de filtración inorgánicos gel de sílice, kieselgur y/o perlita. Los coadyuvantes de filtración inorgánicos son esencialmente de partículas finas y no son peligrosos por explosión de polvo en comparación con los coadyuvantes de descomposición descritos en el documento DE 103 19 483 A1. Además, también son esencialmente más económicos. Los precios de los coadyuvantes de filtración inorgánicos que pueden obtenerse comercialmente ascienden en parte a menos del 25 %  
10 de los precios de los coadyuvantes de descomposición basados en celulosa.

15 Como coadyuvante de filtración preferido se usa kieselgur. El kieselgur, también llamado tierra de diatomeas, tierra de infusorios o harina de las montañas, es un sedimento de grano muy fino, suelto, ligero, similar a la creta, la mayoría de las veces de color gris claro, que pertenece a las rocas silíceas. El kieselgur está constituido por los esqueletos de ácido silícico con gran variedad de formas de diatomeas microscópicamente pequeñas que viven desde el triásico en aguas dulces, salinas y saladas. Los análisis químicos dan como resultado en parte sólo bajos contenidos de hierro, aluminio, calcio, magnesio, manganeso, titanio, sodio, potasio, fósforo y azufre.

20 Como coadyuvantes de filtración también preferidos se usan geles de sílice. Los geles de sílice, también llamados geles de ácido silícico, son ácido silícico moldeado o sin moldear coloidal de consistencia elástica a sólida con estructura de poros de suelta a densa y alta capacidad de adsorción para gases, vapores y líquidos. Las calidades de SiO<sub>2</sub> pirógeno altamente disperso preparado por pirolisis a la llama de SiCl<sub>4</sub> no se calculan para los geles de sílice, sino para los ácidos silícicos. Estos productos que pueden obtenerse comercialmente, por ejemplo, con los nombres de marca Aerosil<sup>®</sup> de la empresa Evonik Industries (antiguamente Degussa) no son coadyuvantes de filtración en el sentido de esta invención.

25 Como coadyuvantes de filtración también preferidos se usan perlititas. La perlita es un vidrio de roca volcánico normalmente de color gris claro, también negro, de composición de riolita con 70 al 76 % de SiO<sub>2</sub>, 11 al 18 % de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 4 al 6 % de K<sub>2</sub>O y hasta el 7 % de agua. El nombre procede del aspecto similar a perla debido a las pequeñas esferas de vidrio de capas concéntricas de mm a cm de tamaño de la roca con fractura concoidal. Este producto es incombustible, resistente a la intemperie, no se pudre ni enmohece y, por tanto, es muy excelentemente adecuado como coadyuvante de filtración.

- 30 El granulado de pigmento contiene preferiblemente coadyuvantes de filtración inorgánicos en una cantidad total del 0,01 al 10 % en peso, preferiblemente del 0,1 al 7,5 % en peso, de manera muy especialmente preferida del 0,1 al 3,5 % en peso, referido a la cantidad total del granulado de pigmento.

35 Los coadyuvantes de filtración inorgánicos pueden ser de diferente finura, lo que se expresa, entre otras cosas, en su superficie específica que puede medirse según el procedimiento de un solo punto de BET según DIN 66 131. La superficie específica de los coadyuvantes de filtración inorgánicos puede ascender a entre 2 y hasta 800 m<sup>2</sup>/g, se encuentran preferiblemente en este intervalo. A este respecto, como coadyuvantes de filtración inorgánicos se usan preferiblemente perlititas con una superficie específica de 2 a 5 m<sup>2</sup>/g. El kieselgur calcinado o calcinado por flujo preferiblemente usado tiene una superficie específica de 25 a 50 m<sup>2</sup>/g. Los geles de sílice preferiblemente usados presentan superficies específicas de 100 a 400 m<sup>2</sup>/g.

- 40 Además de la superficie específica, el tamaño medio de partícula y la distribución de tamaños de partícula también dan información sobre la finura del coadyuvante de filtración. Como los coadyuvantes de filtración inorgánicos son la mayoría de las veces compuestos insolubles en agua, su tamaño de partícula puede medirse muy rápidamente y exactamente con un difractómetro láser.

45 El granulado de pigmento contiene preferiblemente coadyuvantes de filtración inorgánicos con un valor de d<sub>50</sub> inferior a 80 µm, con especial preferencia inferior a 40 µm según el procedimiento de medición dado a conocer. El valor de d<sub>50</sub> especifica el tamaño de partícula al que el 50 % de las partículas medidas son inferiores al valor especificado (tamaño medio de partícula), el valor d<sub>90</sub> especifica correspondientemente el tamaño de partícula al que el 90 % de las partículas medidas son inferiores al valor especificado. Las perlititas son las más gruesas de los coadyuvantes de filtración inorgánicos. Dicalite<sup>®</sup> 478 y Dicalite<sup>®</sup> 4208 (productos comerciales de la empresa Dicalite Europe NV), que  
50 representan dos representantes típicos de coadyuvantes de filtración de perlita, presentan ambos un valor de d<sub>50</sub> de 26 µm y un valor de d<sub>90</sub> de 55 µm o 56 µm. Por tanto, la distribución de tamaños de partícula es muy estrecha. Con ello, estas perlititas son claramente más finas que las celulósicas que pueden usarse como coadyuvante de descomposición según el documento DE 103 19 483 A1. Su valor de d<sub>50</sub> se encuentra en la mayoría de los casos en 100 µm o incluso claramente por encima, su valor de d<sub>90</sub> se encuentra en 350 µm, pero también puede ser 1000 µm  
55 y superior. El kieselgur presenta preferiblemente un valor de d<sub>50</sub> inferior a 40 µm, con especial preferencia inferior a

30 µm. Los geles de sílice pueden ser incluso de partículas más finas.

Los coadyuvantes de filtración inorgánicos también presentan preferiblemente una determinada permeabilidad y densidad de la torta de filtración permeable (PCD = densidad de la torta permeable, de "Permeability Cake Density").

5 Los distintos coadyuvantes de filtración inorgánicos destacan generalmente por distintos valores de PCD. El granulado de pigmento según la invención contiene preferiblemente coadyuvantes de filtración inorgánicos con una densidad de la torta de filtración permeable (PCD) en el intervalo de 0,10 a 0,52 g/ml, con especial preferencia de 0,15 a 0,46 g/ml, según el procedimiento de medición dado a conocer. Las perlititas preferiblemente usadas se encuentran en lo referente a su valor de PCD preferiblemente en el intervalo de 0,15 a 0,43 g/ml. Las perlititas forman como coadyuvantes de filtración tortas de filtración de menor densidad que el kieselgur. El kieselgur preferiblemente usado se encuentra en lo referente a su valor de PCD preferiblemente en el intervalo de 0,37 a 0,46 g/ml.

15 Otro parámetro importante de los coadyuvantes de filtración es su permeabilidad. La permeabilidad de los coadyuvantes de filtración se especifica en la unidad Darcy y puede determinarse en aparatos experimentales normalizados. Un Darcy se corresponde con la permeabilidad a través de un medio de filtración de 1 cm de espesor que permite un flujo de 1 cm<sup>3</sup> de líquido con una viscosidad de 1 cP a través de una superficie de 1 cm<sup>2</sup> en 1 s bajo una diferencia de presión de 1 atm. Las permeabilidades de los coadyuvantes de filtración inorgánicos pueden extenderse por un intervalo muy amplio. El kieselgur preferiblemente usado presenta permeabilidades entre 0,02 y 30,0 Darcy. Se usa preferiblemente especialmente kieselgur con una permeabilidad de 0,025 a 8,0 Darcy. Las perlititas preferiblemente usadas presentan permeabilidades entre 0,02 y 10 Darcy. Se usan con especial preferencia perlititas con una permeabilidad de 0,06 a 8,0 Darcy.

20 Los granulados de pigmento según la invención pueden contener pigmentos coloreados o acromáticos tanto orgánicos como también inorgánicos (pigmentos negros y blancos). Como pigmentos inorgánicos se usan preferiblemente pigmentos de óxido de hierro, dióxido de titanio, óxido de cromo, óxido de cinc, óxido de manganeso, de fases mixtas de rutilo y negro de humo (pigmentos de carbono) o mezclas de los mismos. Como pigmentos orgánicos se usan preferiblemente pigmentos azoicos, de quinacridona, ftalocianina y perileno e indigoides o mezclas de los mismos. También sería concebible el uso de uno o varios pigmentos inorgánicos en mezcla con uno o varios pigmentos orgánicos. También es posible el uso de pigmentos brillantes metálicos o pigmentos de efecto, pero menos preferido.

30 El granulado de pigmento según la invención puede contener dado el caso todavía otros coadyuvantes. El granulado de pigmento según la invención contiene como coadyuvantes preferiblemente humectantes o aditivos dispersantes o agua o sales del grupo de los fosfatos, fosfonatos, carbonatos, sulfatos, sulfonatos, aluminatos, boratos, titanatos, formiatos, oxalatos, citratos, tartratos, estearatos, acetatos, derivados de la celulosa como especialmente éteres de celulosa o ésteres de celulosa, ácidos fosfonocarboxílicos, silanos modificados, aceites de silicona, aceites de cultivo biológico (especialmente aceite de colza, aceite de soja, aceite de germen de maíz, aceite de oliva, aceite de coco, aceite de girasol), petróleos refinados de base parafínica y/o nafténica o aceites sintéticamente preparados.

35 Los humectantes son preferiblemente ácido glucónico, alquilbencenosulfonatos, sulfatos de alcoholes grasos, étersulfatos de alcoholes grasos, poliglicoléteres sulfatados, etoxilato de alcoholes grasos, etoxilato de alquilfenol, alquilfenoles, glicoles, poliéteres, poliglicoles, derivados de poliglicol, copolímeros de óxido de etileno-óxido de propileno, alcano- u olefinsulfonatos ramificados y/o sin ramificar, alcano- u olefinsulfatos ramificados y/o sin ramificar y sulfosuccinatos o disoluciones o mezclas o suspensiones o emulsiones de los mismos. El granulado de pigmento según la invención contiene preferiblemente polietilenglicol.

45 Los aditivos dispersantes son preferiblemente lignosulfonatos, sulfonatos de melamina, condensados de melamina-formaldehído, naftalenosulfonatos, alquilnaftalenosulfonatos, condensados de naftaleno-formaldehído, jabones, jabones metálicos, poli(alcoholes vinílicos) semihidrolizados o completamente hidrolizados, poli(sulfatos de vinilo), poli(acrilamidas, poli(acrilatos, poli(acetatos de vinilo), éteres de policarboxilato, compuestos polihidroxílicos, compuestos de polihidroxiamino, alcanosulfatos o alcanosulfonatos o alcanosulfosuccinatos de cadena media o larga, así como alcanofosfatos o alcanofosfonatos de cadena media o larga. El granulado de pigmento según la invención contiene preferiblemente lignosulfonato.

El granulado de pigmento según la invención contiene preferiblemente coadyuvante en una cantidad total del 0,01 al 10 % en peso, con especial preferencia del 0,1 al 5 % en peso, referido al granulado de pigmento.

50 Cargas - también llamadas agentes de relleno, agentes de dilución o extensores. Éstas son sustancias generalmente relativamente económicas que se mezclan con el granulado de pigmento para elevar su volumen y/o peso, pero también para mejorar las propiedades técnicas. La mezcla de la carga puede realizarse fundamentalmente antes o después de la granulación. La mezcla de las cargas se realiza preferiblemente antes de la granulación conjuntamente con el o los coadyuvantes de filtración inorgánicos y dado el caso otros coadyuvantes, de manera que

las partículas de carga estén distribuidas homogéneamente en las partículas granulares individuales. De esta manera puede obtenerse un granulado de pigmento completamente homogéneo.

5 Preferiblemente, las cargas son partículas laminares o no laminares inorgánicas incoloras o sintéticas que se seleccionan con especial preferencia de talco, mica, carbonato cálcico, polvos de nailon, polvos de poli( $\beta$ -alanina),  
 10 polvos de polietileno, teflón, lauroil-lisina, nitrato de boro, oxiclورو de bismuto, polvos de politetrafluoroetileno, polvos de poli(metacrilato de metilo), polvos de poliuretano, polvos de poliestireno, polvos de poliéster, microesferas huecas sintéticas, microesponjas, microesferas de resina de silicona, los óxidos de circonio y cerio, carbonato cálcico precipitado o creta, carbonato de magnesio, hidrogenocarbonato de magnesio, hidroxilapatita, microesferas huecas de ácidos silícicos, microcápsulas de vidrio o de cerámica, jabones metálicos que se derivan de ácidos carboxílicos orgánicos con 8 a 22 átomos de carbono y preferiblemente con 12 a 18 átomos de carbono como estearato de cinc, estearato de magnesio, estearato de litio, laurato de cinc, miristato de magnesio, así como los polímeros de poli(tereftalato de etileno)/polimetacrilato en forma de plaquitas.

El granulado de pigmento según la invención contiene preferiblemente cargas en una cantidad total de como máximo el 40 % en peso, con especial preferencia de como máximo el 10 % en peso, referido al granulado de pigmento.

15 El granulado de pigmento según la invención destaca preferiblemente porque al menos el 85 % del granulado de pigmento presenta un tamaño de partícula en el intervalo de 60 a 3000  $\mu\text{m}$ , con especial preferencia en el intervalo de 80 a 1500  $\mu\text{m}$ .

20 El granulado de pigmento según la invención está preferiblemente presente como granulado en perlas. Los granulados en perlas de este tipo se obtienen preferiblemente a partir de suspensiones de pigmentos o pastas de pigmentos mediante secado por pulverización. Especialmente se usan secadores por pulverización (secadores atomizantes) que funcionan con discos o boquillas de pulverización en el procedimiento en paralelo o en contracorriente. Los granulados de pigmento obtenidos según este procedimiento presentan generalmente un tamaño medio de partícula en el intervalo de 80 a 250  $\mu\text{m}$ .

25 El granulado de pigmento según la invención también está preferiblemente presente como granulado comprimido o briquetado. Los granulados de este tipo también pueden prepararse a partir de pigmentos secos, por ejemplo, material acabado. El proceso de preparación comprende al menos una etapa de compresión o de briquetado y otras etapas posteriores como trituración, tamizado y recirculación de gruesos y/o finos. Los granulados obtenidos pueden involucrarse con una capa adicional que sirve para elevar la estabilidad o como ayuda en el procesamiento. Los granulados comprimidos o briquetados pueden redondearse dado el caso antes o después de la envoltura mediante una etapa de redondeo, por lo que se mejora adicionalmente el comportamiento de flujo.

30 El granulado de pigmento según la invención presenta preferiblemente un contenido de agua residual inferior al 5 % en peso, con especial preferencia inferior al 4 % en peso. Éste puede alcanzarse dado el caso por un secado posterior.

35 La invención también se refiere a un procedimiento para la preparación de granulados de pigmento, caracterizado porque los uno o varios pigmentos inorgánicos y/u orgánicos preparados de manera conocida se mezclan con al menos un coadyuvante de filtración inorgánico, así como dado el caso otros coadyuvantes y/o cargas, y la mezcla se somete a un proceso de granulación.

La preparación del granulado de pigmento según la invención puede realizarse a partir de pigmento seco o también en la fase húmeda (suspensión o pasta).

40 La preparación del granulado de pigmento según la invención a partir de la fase húmeda es especialmente ventajosa debido a que numerosos pigmentos sintéticamente preparados se sintetizan en fase húmeda. La separación del sólido del líquido se produce entonces generalmente mediante filtración, siguiéndole casi siempre también un lavado para lavar los pigmentos libres de sales. Los pigmentos son en general productos de partículas muy finas, ya que las partículas de pigmento se encontrarán en el orden de magnitud de la longitud de onda de la luz visible para alcanzar una impresión de color óptima. Las partículas primarias de los pigmentos se encuentran en el orden de magnitud de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ . Los productos de partículas finas de este tipo son correspondientemente difíciles de filtrar, de manera que el proceso de filtración y lavado desempeña una función clave en todo el proceso de procesamiento en la preparación de pigmentos. Así, en la elección del medio de filtración incorrecto, mucho sólido puede atravesar el filtro, que luego o bien se pierde como el llamado material que atraviesa el filtro o bien debe recircularse costosamente. Ambos conducen a pérdidas sensibles en la economía y la capacidad del procedimiento de preparación. Una cantidad muy elevada de material que atraviesa el filtro puede ser, por ejemplo, la consecuencia de un medio de filtración con estructura de poros demasiado gruesa. En el caso de pigmentos coloreados en los que las propiedades de color dependen muy fuertemente del tamaño y forma de partícula, puede producirse que las partículas de pigmento finas en la suspensión de pigmento pasen por el medio de filtración y se pierdan como



material que atraviesa el filtro, mientras que se retienen las partículas más gruesas. Pero entonces así se cambia la composición total de la pasta de pigmento, lo que conduce a cambios de color más o menos sustanciales y no deseados. Si, por otra parte, se usa un medio de filtración con estructura de poros demasiado fina, entonces aumentan muy enormemente los tiempos de filtración y de lavado. En el peor de los casos, el medio de filtración se bloquea en el transcurso de un tiempo muy corto y debe interrumpirse el proceso de filtración. Para facilitar la filtración de partículas sólidas especialmente finas y difícilmente filtrables pueden usarse coadyuvantes de filtración. Si la mezcla del coadyuvante de filtración inorgánico se realiza antes o durante la filtración y/o el lavado de los pigmentos, el efecto extraordinariamente positivo del coadyuvante de filtración todavía puede usarse adicionalmente en la separación sólido/líquido y dado el caso también en el lavado. Debido a su presencia en la filtración y/o lavado, la pérdida de pigmento puede reducirse claramente como consecuencia del material que atraviesa el filtro, así como dado el caso también acortarse los tiempos de filtración y de lavado.

La mezcla del coadyuvante de filtración inorgánico se realiza preferiblemente con uno o varios pigmentos inorgánicos u orgánicos en la fase húmeda, por lo que la mezcla húmeda se somete a continuación a un proceso de granulación. La fase húmeda es preferiblemente una suspensión acuosa o pasta del proceso de preparación de pigmentos. La suspensión de pigmento también se somete a una dispersión preferiblemente antes de la mezcla con el coadyuvante de filtración. En la dispersión, el pigmento se frota preferiblemente entre dos superficies o los aglomerados de pigmento se descomponen por fuerzas de impacto y de cizallamiento que son generadas por discos de rápida rotación. También es posible la combinación de estas dos etapas de trabajo. Para el experto son conocidos todos los aparatos de dispersión que trabajan según estos principios y son adecuados para la dispersión de pigmentos sólidos en una fase líquida. La suspensión de pigmento preparada de esta manera puede mezclarse luego con el coadyuvante de filtración e introducirse a la etapa de filtración.

En principio también es posible realizar primero la mezcla del coadyuvante de filtración inorgánico con uno o varios pigmentos inorgánicos u orgánicos en la fase húmeda y luego someter la mezcla preparada a una etapa de dispersión. Entonces, en la dispersión no sólo pueden destruirse los aglomerados de pigmento, sino también al mismo tiempo los aglomerados o partículas del coadyuvante de filtración inorgánico. Para la dispersión pueden usarse las mismas unidades que ya se han mencionado anteriormente. La suspensión de pigmento/coadyuvante de filtración preparada puede introducirse luego a la etapa de filtración.

En principio también es posible macerar el coadyuvante de filtración inorgánico dando una suspensión que luego se dosifica en forma líquida a la suspensión o pasta de pigmento. Como medio de suspensión se usa preferiblemente agua. Entonces, en la dispersión pueden destruirse aglomerados del coadyuvante de filtración inorgánico. Para la dispersión pueden usarse las mismas unidades que las ya mencionadas anteriormente. Generalmente es completamente suficiente que se utilicen agitadores para la dispersión. La suspensión de pigmento/coadyuvante de filtración preparada puede introducirse luego a la filtración. En este caso, la suspensión de coadyuvante de filtración también se mezcla antes o inmediatamente durante la filtración con el pigmento en la fase húmeda dosificándose a la suspensión o pasta de pigmento. Puede dosificarse, por ejemplo, directamente al recipiente de filtración o a la entrada del filtro o a la cubeta de filtración. Si la mezcla del coadyuvante de dispersión inorgánico se realiza antes de o durante la filtración con el pigmento en la fase húmeda, entonces el coadyuvante de filtración actúa según el llamado procedimiento de alimentación de cuerpo ("bodyfeed") (dosificación continua). De esta manera, la torta de filtración lentamente creciente permanece suelta y permeable y el periodo de servicio del filtro se alarga sustancialmente.

Para la filtración pueden usarse aparatos de filtración que funcionan continuamente o discontinuamente. La filtración también puede realizarse a presión o a vacío.

En la filtración continua, como puede realizarse, por ejemplo, con ayuda de filtros de tambor a vacío, es especialmente ventajoso que la filtración se realice con la ayuda conjunta de un coadyuvante de filtración según el llamado procedimiento de recubrimiento previo ("precoat"). A este respecto, antes de la propia filtración de la suspensión de pigmento se aplica primero una delgada capa de coadyuvante de filtración sobre el medio de filtración (sedimentación por capa o recubrimiento previo, de "precoat"). Esto puede realizarse, por ejemplo, filtrándose primero al principio de la filtración la suspensión de coadyuvante de filtración ya anteriormente mencionada por el filtro. A este respecto se forma una delgada capa de por lo general 1,0 a 3,0 mm de coadyuvante de filtración sobre el medio de filtración. Éste protege a continuación el medio de filtración y garantiza la descarga de un filtrado claro reteniéndose las partículas de pigmento en su superficie. La capa de recubrimiento previo ("precoat") se forma de la forma más sencilla bombeando una suspensión de coadyuvante de filtración en circulación sobre el medio de filtración. Entonces, inicialmente se depositan las partículas más gruesas sobre el medio de filtración, luego también las más finas. La aplicación de la capa de recubrimiento previo ("precoat") se realiza preferiblemente con una velocidad de aproximadamente 40 l/m<sup>2</sup>/min, pero representando este valor sólo un valor orientativo. Si la suspensión de coadyuvante de filtración es concretamente muy viscosa, entonces son esencialmente ventajosas velocidades más bajas.

Independientemente de si la filtración de la suspensión de pigmento se realiza con un coadyuvante de filtración inorgánico según el procedimiento de alimentación de cuerpo ("bodyfeed") o según el procedimiento de recubrimiento previo ("precoat"), en principio puede ser ventajoso elevar la cantidad añadida de coadyuvante de filtración por encima de la masa necesaria para la pura filtración si de esta manera puede prepararse un granulado de pigmento con propiedades mejoradas. Evidentemente, para el proceso de filtración también puede añadirse sólo la cantidad de coadyuvante de filtración que sea necesaria para mejorar el proceso de filtración y/o de lavado. Preferiblemente, en el proceso de filtración sólo se añade la cantidad necesaria de coadyuvante de filtración inorgánico. Entonces, inmediatamente después de la filtración y/o el lavado, otro coadyuvante de filtración inorgánico puede añadirse en cualquier otra etapa de procedimiento. Éste no debe ser necesariamente el mismo coadyuvante de filtración inorgánico con cuya ayuda se realizó la filtración. Puede ser completamente ventajoso añadir uno o varios otros coadyuvantes de filtración inorgánicos, de manera que finalmente se obtenga un granulado de pigmento que contenga distintos coadyuvantes de filtración.

Generalmente, en la filtración de suspensiones de pigmentos con coadyuvantes de filtración inorgánicos es suficiente que sólo se añada un coadyuvante de filtración. Esto se refiere a tanto la filtración según el procedimiento de recubrimiento previo ("precoat") como también según el procedimiento de alimentación de cuerpo ("bodyfeed"). No obstante, en la filtración y/o lavado de determinados pigmentos puede ser ventajoso usar mezclas de varios coadyuvantes de filtración inorgánicos. La cantidad añadida de estas mezclas de coadyuvantes de filtración puede superar la masa necesaria para la pura filtración si de esta manera puede prepararse un granulado de pigmento con propiedades mejoradas. Evidentemente, para el proceso de filtración también puede añadirse sólo la cantidad de una mezcla de coadyuvantes de filtración que sea necesaria para mejorar el proceso de filtración y/o de lavado. Preferiblemente, en el proceso de filtración sólo se añade la cantidad necesaria de una mezcla de coadyuvantes de filtración inorgánicos. Entonces, inmediatamente después de la filtración y/o el lavado, uno o varios otros coadyuvantes de filtración inorgánicos pueden añadirse en cualquier otra etapa de procedimiento.

El pigmento que se recoge del filtro después del proceso de filtración y dado el caso lavado contiene el o los coadyuvantes de filtración inorgánicos previamente añadidos. Si la filtración se realiza según el procedimiento de alimentación de cuerpo ("bodyfeed"), la mezcla de pigmento/coadyuvante de filtración recogida del medio de filtración es sustancialmente homogénea. En la filtración según el procedimiento de recubrimiento previo ("precoat") no puede asumirse esto. Por tanto, en este caso se realiza preferiblemente además una etapa de homogeneización en la torta de filtración. Esto puede realizarse o directamente en la torta de filtración pastosa, usándose, por ejemplo, mezcladoras, husillos, amasadoras, laminadores, molinos de bolas o molinos de agitador. La torta de filtración de pigmento/coadyuvante de filtración pastosa así obtenida puede usarse para la preparación de granulados de extrusión o de pellas, debiendo no obstante todavía seguirle una etapa de secado. Pero la torta de filtración de pigmento/coadyuvante de filtración pastosa obtenida también puede secarse, dado el caso molerse y luego someterse a un proceso de granulación como mezcla de pigmento/coadyuvante de filtración seca. En un caso tal se ofrece un procedimiento de compresión o briquetado para preparar granulados de pigmento a partir de una mezcla de pigmento/coadyuvante de filtración en polvo seca. Pero si la torta de filtración de pigmento/coadyuvante de filtración pastosa obtenida se diluye de nuevo con agua u otro líquido en otro proceso de procesamiento debido a que debe convertirse en un granulado en perlas, por ejemplo, por granulación por pulverización o secado en lecho fluidizado, entonces la homogeneización se realiza preferiblemente después de la adición de agua o líquido debido a que de esta manera se reduce la viscosidad, de manera que puedan usarse sin problemas agitadores o equipo de disolución para la preparación de una suspensión homogénea. El proceso de granulación para la preparación de un granulado de pigmento según la invención se realiza preferiblemente mediante secado por pulverización o secado en lecho fluidizado.

La mezcla del coadyuvante de filtración inorgánico con uno o varios pigmentos inorgánicos u orgánicos se realiza preferiblemente en la fase húmeda y la mezcla húmeda se somete a un proceso de granulación. La fase húmeda es preferiblemente una nueva dispersión de partículas aglomeradas. Mediante la nueva dispersión de las partículas ya aglomeradas, una suspensión o pasta de pigmento para la reacción con uno o varios coadyuvantes de filtración inorgánicos puede prepararse específicamente a partir de polvos de pigmento. La suspensión o pasta de pigmento antes de la mezcla con el coadyuvante de filtración se somete además preferiblemente a una dispersión. Para esto ya pueden usarse en principio todas las mismas unidades que ya se han mencionado anteriormente si la fase húmeda es una suspensión o pasta del proceso de preparación de pigmentos. Como ya se ha descrito anteriormente, el coadyuvante de filtración puede dosificarse directamente como sólido o en forma de una suspensión previamente macerada de la suspensión o pasta de pigmento. Si la fase húmeda es una nueva dispersión de partículas aglomeradas, es decir, por ejemplo, material acabado, ya no se necesita una nueva filtración y lavado, de manera que directamente puede realizarse un secado de la mezcla de pigmento/coadyuvante de filtración. Para la etapa de secado están a disposición para el experto las unidades anteriormente mencionadas. El secado se realiza preferiblemente mediante secado por pulverización o secado en lecho fluidizado. Preferiblemente se usan secadores por pulverización (secadores atomizantes) que funcionan con discos o boquillas de pulverización en el procedimiento en paralelo o en contracorriente, con lo que puede obtenerse un granulado en perlas.

En pigmentos que pueden filtrarse bien y en los que el proceso de filtración y de lavado debe mejorarse no necesariamente mediante la adición de un coadyuvante de filtración inorgánico, la adición del o de los coadyuvantes de filtración inorgánicos también puede realizarse sólo después de la filtración. Es especialmente ventajoso en un caso tal que la torta de filtración se seque primero y la mezcla con uno o varios coadyuvantes de filtración inorgánicos se realice en estado seco. Para la etapa de secado el experto tiene a disposición una serie de unidades. El secado se realiza preferiblemente mediante secado por pulverización o secado en lecho fluidizado o con ayuda de secadores de banda. Dependiendo de la unidad de secado elegida puede ser necesario que todavía le siga una etapa de molienda. Antes o después de la molienda pueden añadirse adicionalmente además otros coadyuvantes de filtración inorgánicos y mezclarse. Para la mezcla pueden usarse todos los aparatos técnicos habituales. Si sólo se mezclan pequeñas cantidades de uno o varios coadyuvantes de filtración inorgánicos con una gran cantidad de pigmento, entonces puede ser ventajosa la preparación de una premezcla. La mezcla de pigmento/coadyuvante de filtración obtenida se muele luego dado el caso. La elección del proceso de granulación adecuado depende, entre otras cosas, de si el o los coadyuvantes de filtración inorgánicos ya se añade o añaden a la fase húmeda (suspensión o pasta) o de si se añaden al pigmento previamente secado. La mezcla del coadyuvante de filtración inorgánico se realiza preferiblemente con uno o varios pigmentos inorgánicos u orgánicos en fase seca, por lo que la mezcla seca se somete a continuación a un proceso de granulación. En este caso se ofrece de manera ventajosa un proceso de compresión o briquetado o una peletización. El proceso de granulación para la preparación de un granulado de pigmento según la invención es preferiblemente un proceso de compresión o briquetado. Un proceso de granulación de este tipo comprende una o varias etapas de compresión o briquetado con etapas sucesivas como cribado/molienda, cribado y recirculación de gruesos y/o finos, y dado el caso una etapa de redondeo o una peletización sobre un plato giratorio (plato de peletización), en una recubridora o un tambor giratorio (tambor de peletización), en una unidad de tamizado o en un lecho fluidizado o en un lecho fluido. También es posible una peletización pura como puede realizarse clásicamente en un plato giratorio (plato de peletización) o un tambor giratorio (tambor de peletización), en una mezcladora bajo alta turbulencia.

Durante el proceso de preparación pueden añadirse todavía una o varias cargas en cualquier momento de tiempo discrecional. Pueden añadirse, por ejemplo, antes o durante o después de la filtración. Si la granulación se realiza a partir de polvo seco, entonces la o las cargas también pueden añadirse sólo después del secado e inmediatamente antes del proceso de granulación. Si el polvo de pigmento o la mezcla de pigmento/coadyuvante de filtración deben todavía molerse después del secado y antes de la granulación, entonces la o las cargas también pueden añadirse antes de la molienda.

Igualmente, uno o varios coadyuvantes pueden añadirse durante el proceso de preparación en cualquier momento de discrecional. Pueden añadirse, por ejemplo, antes o durante o después de la filtración. Siempre y cuando se trate a este respecto de coadyuvantes solubles en agua o eluibles, la mezcla de pigmento/coadyuvante de filtración se añade preferiblemente sólo después de la filtración. Si la granulación se realiza a partir de polvo seco, entonces el o los coadyuvantes también pueden añadirse sólo después del secado e inmediatamente antes del proceso de granulación. Si el polvo de pigmento o la mezcla de pigmento/coadyuvante de filtración debe molerse todavía después del secado y antes de la granulación, entonces el o los coadyuvantes también pueden añadirse antes de la molienda.

Los granulados de pigmento según la invención destacan por una buena fluidez, por una baja proporción de polvo, por una rápida descomposición en agua, así como por una alta dispersabilidad en todos los medios de aplicación.

La invención también se refiere al uso del granulado de pigmento según la invención para la coloración de materiales de construcción unidos por cal y/o cemento como hormigón, mortero de cemento, revoque, arenisca calcárea y para la coloración de asfalto y papel y para la coloración de medios orgánicos como barnices, plásticos y pastas coloreadas, y para la preparación de pinturas de dispersión y suspensiones. Los materiales de construcción unidos por cal y/o cemento en el sentido de esta invención son preferiblemente hormigón, mortero de cemento, revoque y arenisca calcárea. Bajo el término genérico asfalto se resumen asfalto, betún, todas las sustancias bituminosas y brea.

Generalmente, el granulado de pigmento se mezcla directamente con los materiales de construcción unidos por cal y/o cemento antes de añadir a la mezcla el agua de amasado. El granulado de pigmento según la invención se mezcla preferiblemente con los materiales de construcción unidos por cal y/o cemento en una cantidad del 0,1 al 10 % en peso referido a cemento, o en el caso de asfalto en una cantidad del 0,1 al 10 % en peso referido a la mezcla total.

Como el granulado de pigmento según la invención posee una excelente dispersabilidad cuando se agita o se distribuye en agua, también puede dispersarse en agua de amasado y la suspensión de pigmento así obtenida se mezcla con los materiales de construcción unidos por cal y/o cemento. El granulado de pigmento según la invención se suspende preferiblemente primero en agua y a continuación se mezcla con los materiales de construcción unidos

por cal y/o cemento.

El granulado de pigmento según la invención se mezcla preferiblemente con los medios orgánicos, siendo los medios orgánicos preferiblemente barnices en polvo o plásticos. Los plásticos son preferiblemente termoplásticos, termoestables y/o elastómeros. El granulado de pigmento se mezcla preferiblemente con plásticos líquidos.

5 Los medios orgánicos son preferiblemente polímeros con propiedades elastoméricas.

El granulado de pigmento según la invención se mezcla preferiblemente con las pinturas de dispersión o con agua.

El objeto de la invención de la presente invención no sólo resulta del objeto de las reivindicaciones individuales, sino también de la combinación de las reivindicaciones individuales entre sí. Lo mismo rige para todos los parámetros dados a conocer en la descripción y sus combinaciones discrecionales.

## 10 Ejemplos y procedimientos

La invención se describe más detalladamente mediante los siguientes ejemplos, sin que de esta manera se produzca una limitación de la invención.

### I. Descripción de los procedimientos de medición y ensayo usados

#### I.1 Ensayo colorimétrico en materiales de construcción

15 La determinación de la dispersabilidad para materiales de construcción se realiza en mortero de cemento mediante la medición colorimétrica de prismas producidos con cemento blanco con los siguientes datos:

20 Relación de cemento-arena de cuarzo 1:4, valor de agua-cemento 0,35, nivel de pigmentación 1,2 % referido al cemento, mezcladora usada de RK Toni Technik, Berlín, con tazón de mezcla de 5 l, modelo 1551, número de revoluciones 140 rpm, lote: 1200 g de arena de cuarzo de 0,1 a 1 mm, 600 g de arena de cuarzo de 1 a 2 mm, 200 g de harina de caliza (< 5 % de residuo de tamizado sobre tamiz de 90 µm), 500 g de cemento blanco. Las fracciones de arena de cuarzo y la harina de caliza se disponen juntas en un recipiente de mezcla. A continuación se añade el pigmento y se mezcla previamente 10 s (etapa de la mezcladora 1: lentamente). A esta mezcla se añade agua, debiendo tenerse en cuenta que se incorpore en el centro de la mezcla. Después de la infiltración se añade el cemento y se mezcla (etapa de la mezcladora 1: lentamente).

25 Después de 40 s, 55 s, 70 s, 85 s y 100 s de tiempo de mezcla se extraen respectivamente muestras de mezclas (300 g) y a partir de ellas se preparan probetas de ensayo (5 x 10 x 2,5 cm) a presión (fuerza de compresión 114 kN durante 2 segundos). Endurecimiento de las probetas de ensayo: 24 h a 30 °C y 95 % de humedad relativa del aire con posterior secado de 4 h a 60 °C. Medición de los datos de color mediante Dataflash® 2000 Datacolor International, 4 puntos de medición por bloque. Los valores medios obtenidos se comparan con los valores de una muestra de referencia. Se evalúan la diferencia de color  $\Delta E_{ab}^*$  y el poder colorante relativo (muestra de referencia = 100 %) (sistema CIELAB (1976) como se describe en ASTM E 308 (2006) y ASTM D 2244 (1993)). En el sentido de esta solicitud se usan las siguientes abreviaturas y cálculos colorimétricos como se conocen del sistema CIELAB (1976):

- $a^*$  se corresponde con el eje rojo-verde con  $\Delta a^* = a^*$  (muestra) -  $a^*$  (referencia)
- 35 •  $b^*$  se corresponde con el eje amarillo-azul con  $\Delta b^* = b^*$  (muestra) -  $b^*$  (referencia)
- $L^*$  se corresponde con la luminosidad con  $\Delta L^* = L^*$  (muestra) -  $L^*$  (referencia).
- $\Delta_{ab}^*$  se corresponde con la diferencia de color, en la que  $(\Delta E_{ab}^*)^2 = (\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2$ , es decir,  $\Delta E_{ab}^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$ ,

Para el poder colorante relativo en % son válidas las siguientes ecuaciones:

40 Poder colorante relativo en % =  $\frac{(K/S)_{\text{Muestra}}}{(K/S)_{\text{Referencia}}} \cdot 100$

$$K/S = \frac{(1 - \beta^*)^2}{2\beta^*}$$

$$\beta^* = \frac{Y/100 - r_0}{1 - r_0 - r_2 \cdot (1 - Y/100)}$$

en la que  $r_0 = 0,04$  y  $r_2 = 0,6$  y  $Y$  es el valor de referencia colorimétrico (luminosidad).

La dispersabilidad se designa como buena a una diferencia de poder colorante de hasta el 5 % en comparación con la muestra de referencia y una diferencia de color  $\Delta E_{ab}^*$  de como máximo 1,5 unidades.

### **I.2 determinación de la resistencia a la compresión**

- 5 La resistencia a la compresión se determinó según DIN EN 196-1. A este respecto se probó la resistencia a la compresión del mortero de cemento pigmentado en comparación con una muestra sin pigmentar, no debiendo ser las desviaciones superiores a las especificadas en EN 12878 "Pigmentos para la coloración de materiales de construcción unidos por cal y/o cemento" (como máximo el -8 % para hormigón armado).

### **I.3 Determinación del comportamiento de solidificación**

- 10 El comportamiento de solidificación se determinó según DIN EN 196-3. A este respecto se compararon entre sí el inicio de la solidificación y el final de la solidificación de un aglutinante de cemento con y sin pigmentación, no debiendo ser las desviaciones superiores a las especificadas en EN 12878.

### **I.4 Dispersabilidad en asfalto**

- 15 La determinación de la dispersabilidad en asfalto se realizó según el siguiente procedimiento: el polvo de pigmento o granulado de pigmento se mezcla en una mezcladora de laboratorio calefactable (mezcladora Rego) junto con un betún para la construcción de carreteras del tipo B 80 (producto comercial de Shell AG) y áridos durante 60 segundos a 180 °C. Con la mezcla se preparan probetas de ensayo según Marshall ("The Shell Bitumen Handbook, Shell Bitumen U.K., 1990, página 230-232). Las diferencias en los tonos de color de las probetas de Marshall con respecto a una muestra de comparación especificada de polvo de pigmento se evalúan colorimétricamente mediante comparación de los valores rojos  $a^*$  (Minolta Chromameter II. Iluminante patrón C, sistema CIELAB (1976), como se describe en ASTM E 308 (2006) y ASTM D 2244 (1993)). Las diferencias en los valores de  $a^*$  inferiores a 0,5 unidades no pueden diferenciarse visualmente.
- 20

### **I.5 Determinación del contenido de agua residual**

- 25 El contenido de agua residual (humedad residual) de los granulados de pigmento se determina por secado cuidadoso hasta constancia de peso.

### **I.6 Determinación de la descomposición en agua**

- 30 El estudio de si un granulado produce la descomposición esencialmente completa de la estructura primaria del granulado con liberación del pigmento en contacto con agua en una cantidad suficiente en el transcurso de poco tiempo sin acción mecánica se realiza según uno de los procedimientos descritos en el documento DE 103 19 483 A1. A este respecto, el granulado se pone en contacto con una cantidad suficiente de agua en exceso. Esto se realiza bajo el microscopio de manera que pueda observarse bien la descomposición de las partículas granulares.

### **I.7 Determinación del tamaño medio de partícula de coadyuvantes de filtración inorgánicos**

- 35 La determinación del tamaño medio de partícula de coadyuvantes de filtración inorgánicos se mide con un Malvern MasterSizer MS-S (empresa Malvern Instruments Ltd.). El aparato es un difractor láser (ISO 13320-1) que funciona según el principio de la difracción de Fraunhofer. Para mediciones en húmedo puede registrarse un intervalo de tamaños de partícula de 0,05 a 879  $\mu\text{m}$ . Para el intervalo de tamaños de partícula entre 0,05 y aproximadamente 4  $\mu\text{m}$ , los valores de medición se corrigen mediante cálculos según la teoría de Mie. El aparato posee un tanque de ultrasonidos integrado con una capacidad de 915 ml con agitador insertado. El transporte de la suspensión por la celda de medición se realiza con una bomba en circulación con velocidad variable. Para la medición, aproximadamente 100 mg de material de muestra en 50 ml de disolución de hexametáfosfato de sodio al 0,1 % se dispersan dos minutos a 200 W de potencia de entrada mediante un sonotrodo ultrasónico (UP400S, empresa Hielscher Ultrasonics GmbH) con un intervalo de 1:1. Esta suspensión preparada se añade al tanque de ultrasonidos interno en funcionamiento del MasterSizer lleno de disolución de hexametáfosfato de sodio al 0,1 %.
- 40
- 45 Dado el caso se diluye con agua destilada hasta que la visualización de la concentración del MasterSizer se encuentre en el intervalo ideal. Para la medición se ajustarán los siguientes parámetros: velocidad de bombeo 50 %, potencia ultrasónica (sólo durante la adición) 70 % y velocidad de agitación 50 %.

### **I.8 Determinación de la densidad de la torta de filtración permeable (PCD = densidad de la torta permeable, de "Permeability Cake Density")**

- 50 2,00 g de coadyuvante de filtración se transfieren a un vaso de precipitados de 50 ml y se añaden 35 ml de agua destilada a 30 °C. El coadyuvante de filtración se suspende en agua y se transfiere a una columna de paso con 1,44

cm de diámetro interno y una escala de volumen en ml. La columna de paso dispone de un tamiz metálico sobre el que se deposita un papel de filtro (empresa Schleicher&Schuell GmbH). La columna de paso se asienta herméticamente sobre una botella de succión a vacío. Después de transferirse una parte de la suspensión de coadyuvante de filtración a la columna de paso, en la botella de succión a vacío se aplica lentamente una presión de 680 a 695 mbar (68,0 a 69,5 kPa). El vacío se mantiene constante en este intervalo, por ejemplo, mediante una regulación automática. El resto de la suspensión de coadyuvante de filtración se agita de nuevo y se vierte en la columna de paso. El vaso de precipitados se aclara con una pequeña cantidad de agua destilada de 30 °C y el agua de aclarado también se transfiere a la columna de paso. Luego se deja que se forme la torta de filtración. Cuando todavía queda aproximadamente 1 ml de suspensión sobre la torta de filtración se añade agua destilada caliente a 30 °C hasta que la columna de líquido esté un poco por encima de la marca de 24 ml. En cualquier caso debe evitarse un funcionamiento en seco de la torta de filtración. Cuando el menisco de la columna de líquido ha pasado la marca de 16 ml, el volumen de la torta de filtración húmeda se lee en la escala de la columna de paso exactamente a 0,1 ml. A este respecto debe evitarse en cualquier caso un funcionamiento en seco de la torta de filtración, siempre debe estar cubierta con agua suficiente. La densidad de la torta de filtración permeable (PCD) puede calcularse fácilmente según la siguiente fórmula:

$$PCD = \frac{m}{v}$$

siendo m la masa del coadyuvante de filtración usado en gramos (g) y v el volumen de la torta de filtración húmeda en ml. En la determinación y el cálculo de la densidad de la torta de filtración permeable (PCD) no se tienen en cuenta dado el caso proporciones flotantes de coadyuvante de filtración sobre la columna de líquido. Por tanto, siempre se considera sólo la torta de filtración formada sobre el filtro. La densidad de la torta de filtración permeable (PCD) posee la unidad g/ml.

## II. Ejemplos

### Ejemplo 1

Se mezcló pigmento de rojo de óxido de hierro Bayferrox® 130 (producto comercial de Lanxess Deutschland GmbH) con el 3,0 % en peso de una disolución de lignosulfonato de amonio al 40 % y 1,5 % en peso de Dicalite® 4208 (perlita y producto comercial de la empresa Dicalite Europe NV) en una mezcladora durante 15 minutos. La mezcla se comprimió sobre una compactadora 200/50 (empresa Bepex, Leingarten) con aproximadamente 17 kN (3,4 kN/cm) y después se trituró en una trituradora (empresa Frewitt, Friburgo, Suiza) con un tamiz de 1,5 mm de abertura de malla. El producto triturado se tamizó sobre un tamiz con 315 µm de abertura de malla. El granulado obtenido como granulación superior está libre de polvo y es muy fluido. Presenta un contenido de agua residual del 0,40 % en peso y una densidad aparente de 1,06 g/cm³. En contacto con una cantidad suficiente de agua, el granulado también se descompone repentinamente sin acción mecánica, de manera que ya después de menos de 30 segundos se ha producido una descomposición completa de la estructura primaria de las partículas granulares.

El granulado de pigmento se incorporó a una mezcla de asfalto según el ensayo descrito preparándose una probeta de ensayo según Marshall. Como muestra de comparación sirvió la probeta de Marshall que se había colorado con el polvo Bayferrox® 130 usado para la granulación. Visualmente no puede constatarse ninguna diferencia en ambas probetas. La diferencia en el valor de a\* entre las dos probetas de ensayo asciende a -0,1 unidades. El granulado de pigmento también puede dispersarse excelentemente en el asfalto.

El granulado de pigmento se incorporó a una mezcla de materiales de construcción según el ensayo colorimétrico en materiales de construcción descrito. En la probeta de ensayo coloreada con granulado de pigmento, un poder colorante relativo del 96 % a una diferencia de color  $\Delta E_{ab}^*$  de 1,1 unidades se mide después de un tiempo de dispersión de 55 s, un poder colorante relativo del 101 % a una diferencia de color de  $\Delta E_{ab}^*$  de 0,8 unidades después de un tiempo de dispersión de 70 s. Por tanto, el granulado de pigmento está completamente dispersado después de 70 s. En las probetas de ensayo que se coloraron con el polvo Bayferrox® 130 usado para la granulación se mide un poder colorante relativo del 98 % después de un tiempo de dispersión de 55 s y del 100 % después de un tiempo de dispersión de 70 s (muestra de referencia para toda la serie de medición). Por tanto, el granulado de pigmento puede dispersarse excelentemente en el material de construcción. Su efecto colorante es comparable al de los polvos Bayferrox® 130 usados para la granulación. Sorprendentemente, los valores tricromáticos están incluso más saturados en el granulado que contiene coadyuvante de filtración.

### Ejemplo 2

Se mezcló pigmento de rojo de óxido de hierro Bayferrox® 130 con el 1,5 % en peso de polietilenglicol (peso molecular medio de aproximadamente 400) y 2,0 % en peso de Dicalite® 478 (perlita y producto comercial de la empresa Dicalite Europe NV) en una mezcladora durante 15 minutos. La mezcla se comprimió sobre una

- compactadora 200/50 (empresa Bepex, Leingarten) con aproximadamente 17 kN (3,4 kN/cm) y después se trituró en una trituradora (empresa Frewitt, Friburgo, Suiza) con un tamiz de 1,5 mm de abertura de malla. El producto triturado se tamizó sobre un tamiz con 315  $\mu\text{m}$  de abertura de malla. El granulado obtenido como granulación superior está libre de polvo y es muy fluido. Presenta un contenido de agua residual del 0,73 % en peso y una densidad aparente de 1,07  $\text{g}/\text{cm}^3$ . En contacto con una cantidad suficiente de agua, el granulado también se descompone repentinamente sin acción mecánica, de manera que ya después de menos de 30 segundos se ha producido una descomposición completa de la estructura primaria de las partículas granulares. La rápida descomposición descrita del granulado en contacto con una cantidad suficiente de agua también se produce incluso después de meses. Por tanto, no puede constatarse un efecto de envejecimiento.
- La comparación de la resistencia a la compresión de una muestra de mortero de cemento pigmentado en comparación con una muestra sin pigmentar da una desviación del -4 %. Por tanto, el granulado cumple los requisitos de EN 12878. Esto también rige para el comportamiento de solidificación. No puede constatarse ninguna diferencia en comparación con un aglutinante de cemento sin pigmento.

### Ejemplo 3

- La mezcla descrita en el Ejemplo 2 se comprimió en una compactadora 200/50 con aproximadamente 24 kN (4,8 kN/cm) y después se trituró en una trituradora con un tamiz de 1,5 mm de abertura de malla. El producto triturado se tamizó sobre un tamiz con 315  $\mu\text{m}$  de abertura de malla. El granulado obtenido como granulación superior está libre de polvo y es muy fluido. Presenta un contenido de agua residual del 0,51 % en peso y una densidad aparente de 1,08  $\text{g}/\text{cm}^3$ . En contacto con una cantidad suficiente de agua, el granulado también se descompone repentinamente sin acción mecánica, de manera que ya después de menos de 30 segundos se ha producido una descomposición completa de la estructura primaria de las partículas granulares. La rápida descomposición descrita del granulado en contacto con una cantidad suficiente de agua también se produce incluso después de meses. Por tanto, no puede constatarse un efecto de envejecimiento.
- La comparación de la resistencia a la compresión de una muestra de mortero de cemento pigmentado en comparación con una muestra sin pigmentar da una desviación del -1 %. Por tanto, el granulado cumple los requisitos de EN 12878. Esto también rige para el comportamiento de solidificación. En comparación con un aglutinante de cemento sin pigmento sólo puede constatarse una diferencia de 5 minutos.

### Ejemplo 4

- Un pigmento de negro de óxido de hierro preparado según el procedimiento de precipitación de sulfato de hierro (II) se filtró después de la síntesis y se lavó libre de sales. La torta de filtración se maceró de nuevo con agua y finalmente contuvo el 2,0 % en peso de Dicalite® 4208. Se añadió adicionalmente el 3,0 % en peso de una disolución de lignosulfonato de amonio al 40 %. La suspensión con 52 % de contenido de sólidos se secó sobre un secador por pulverización por boquilla. El granulado obtenido está libre de polvo y es muy fluido. Presentó un contenido de agua residual del 0,34 % en peso y una densidad aparente de 1,20  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Para fines de comparación, una muestra sin ningún aditivo también se secó sobre un secador por pulverización por boquilla. El material de comparación obtenido es esencialmente más pésimamente fluido y tiende más fuertemente a la formación de polvo. Sin presencia de un coadyuvante, el material de comparación no es suficientemente estable para un granulado.

- El granulado de pigmento se incorporó a una mezcla de materiales de construcción según el ensayo colorimétrico en materiales de construcción descrito. En la probeta de ensayo coloreada con granulado de pigmento que contenía el coadyuvante de filtración, un poder colorante relativo del 94 % a una diferencia de color  $\Delta E_{ab}^*$  de 0,7 unidades se mide después de un tiempo de dispersión de 40 s, un poder colorante relativo del 99 % a una diferencia de color  $\Delta E_{ab}^*$  de 0,2 unidades después de un tiempo de dispersión de 55 s. Por tanto, el granulado de pigmento está completamente dispersado después de 55 s. En las probetas de ensayo que se coloraron con el material de comparación se mide un poder colorante relativo del 92 % después de un tiempo de dispersión de 40 s, y del 98 % después de un tiempo de dispersión de 55 s (la muestra de referencia para toda la serie de medición es la muestra de comparación con un tiempo de dispersión de 70 s). Por tanto, el granulado de pigmento que contiene coadyuvante de filtración puede dispersarse excelentemente en el material de construcción.

### Ejemplo 5

- Un pigmento de negro de óxido de hierro preparado según el procedimiento de precipitación de sulfato de hierro (II) se filtró después de la síntesis y se lavó libre de sales. La torta de filtración se maceró de nuevo con agua y finalmente contuvo el 2,0 % en peso de Dicalite® 4208. Se secó sobre un secador por pulverización. El material obtenido se molió sobre un molino Bauermeister con inserto de tamiz de 3 mm y el polvo que contenía coadyuvante de filtración se comprimió sobre una compactadora 200/50 con aproximadamente 9 kN (1,8 kN/cm) y luego se trituró en una trituradora con un tamiz de 1,5 mm de abertura de malla. El producto triturado se tamizó sobre un tamiz con

315  $\mu\text{m}$  de abertura de malla. El granulado obtenido como granulaci3n superior est3 libre de polvo y es muy fluido. Presenta un contenido de agua residual del 2,5 % en peso y una densidad aparente de 1,18  $\text{g}/\text{cm}^3$ . En contacto con una cantidad suficiente de agua, el granulado tambi3n se descompone sin acci3n mec3nica en menos de 30 segundos con descomposici3n completa de la estructura primaria de las part3culas granulares.

- 5 El granulado de pigmento se incorpor3 a una mezcla de materiales de construcci3n seg3n el ensayo colorim3trico en materiales de construcci3n descrito. En la probeta de ensayo coloreada con granulado de pigmento que conten3a coadyuvante de filtraci3n, un poder colorante relativo del 85 % a una diferencia de color  $\Delta E_{ab}^*$  de 1,8 unidades se midi3 despu3s de un tiempo de dispersi3n de 40 s, un poder colorante relativo del 101 % a una diferencia de color  $\Delta E_{ab}^*$  de 0,2 unidades despu3s de un tiempo de dispersi3n de 55 s. La muestra de referencia para toda la serie de  
10 medici3n es la muestra de comparaci3n despu3s de un tiempo de dispersi3n de 70 s. La muestra de comparaci3n es el pigmento de negro de 3xido de hierro usado libre de Dicalite<sup>®</sup> despu3s de la filtraci3n, lavado, secado y molienda. Por tanto, el granulado de pigmento que contiene coadyuvante de filtraci3n puede dispersarse excelentemente en el material de construcci3n.

#### Ejemplo 6 (ejemplo comparativo al Ejemplo 7)

- 15 Se mezcl3 pigmento de amarillo de 3xido de hierro Bayferrox<sup>®</sup> 920 con el 2,5 % en peso de Arbocel<sup>®</sup> FT 600-30 (coadyuvante de descomposici3n basado en celulosa, producto comercial de la empresa J. Rettenmaier & S3hne GmbH + Co, seg3n el documento DE 103 19 483 A1) en una mezcladora durante 15 minutos. La mezcla se comprimi3 sobre una compactadora 200/50 con aproximadamente 16 kN (3,2  $\text{kN}/\text{cm}^2$ ) y despu3s se tritur3 en una  
20 trituradora con un tamiz de 1,5 mm de abertura de malla. El producto triturado se tamiz3 sobre un tamiz con 315  $\mu\text{m}$  de abertura de malla. El granulado obtenido como granulaci3n superior est3 libre de polvo y es muy fluido. Presenta un contenido de agua residual del 0,89 % en peso y una densidad aparente de 0,73  $\text{g}/\text{cm}^3$ . En contacto con una cantidad suficiente de agua, el granulado tambi3n se descompone sin acci3n mec3nica en menos de 30 segundos como los granulados en el documento DE 103 19 483 A1. En menos de 30 segundos se ha producido una descomposici3n completa de la estructura primaria de las part3culas granulares.
- 25 El granulado de pigmento se incorpor3 a una mezcla de materiales de construcci3n seg3n el ensayo colorim3trico en materiales de construcci3n descrito. El desarrollo del poder colorante relativo despu3s de 40, 55, 70, 86 y 100 s, as3 como las diferencias de color  $\Delta E_{ab}^*$  respectivamente correspondientes, se resumen en la Tabla 1.

#### Ejemplo 7

- 30 Se mezcl3 pigmento de amarillo de 3xido de hierro Bayferrox<sup>®</sup> 920 con el 2,5 % en peso de una disoluci3n de lignosulfonato de amonio al 40 % y 1,0 % en peso de Dicalite<sup>®</sup> 4208 en una mezcladora durante 15 minutos. La mezcla se comprimi3 sobre una compactadora 200/50 con aproximadamente 16 kN (3,2  $\text{kN}/\text{cm}^2$ ) y despu3s se tritur3 en una trituradora con un tamiz de 1,5 mm de abertura de malla. El producto triturado se tamiz3 sobre un tamiz con  
35 315  $\mu\text{m}$  de abertura de malla. El granulado obtenido como granulaci3n superior est3 libre de polvo y es muy fluido. Presenta un contenido de agua residual del 0,91 % en peso y una densidad aparente de 0,76  $\text{g}/\text{cm}^3$ . En contacto con una cantidad suficiente de agua, el granulado tambi3n se descompone repentinamente sin acci3n mec3nica, de manera que ya despu3s de menos de 30 segundos se ha producido una descomposici3n completa de la estructura primaria de las part3culas granulares.

- 40 El granulado de pigmento se incorpor3 a una mezcla de materiales de construcci3n seg3n el ensayo colorim3trico en materiales de construcci3n descrito. El desarrollo del poder colorante relativo despu3s de 40, 55, 70, 86 y 100 s, as3 como las diferencias de color  $\Delta E_{ab}^*$  respectivamente correspondientes, se resumen en la Tabla 1. Es evidente que el granulado de pigmento que contiene coadyuvante de filtraci3n es muy dispersable, ya que despu3s de s3lo 70 s se ha alcanzado un poder colorante relativo del 96 %. La dispersabilidad es al menos tan buena como la de los granulados descritos en el estado de la t3cnica (Ejemplo 6).



Tabla 1: Poder colorante y diferencias de color  $\Delta E_{ab}^*$  respectivamente correspondientes en función del tiempo de dispersión para los Ejemplos 6 y 7.

Tiempo de dispersión	Ejemplo 7		Ejemplo 6 (ejemplo comparativo)	
	Poder colorante relativo	Diferencia de color $\Delta E_{ab}^*$	Poder colorante relativo	Diferencia de color $\Delta E_{ab}^*$
40 s	87 %	1,9	83 %	2,7
55 s	90 %	1,1	91 %	1,2
70 s	96 %	0,4	93 %	0,7
85 s	100 %	0,2	96 %	0,4
100 s	100 % (referencia)	0,0 (referencia)	98 %	0,3

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Granulado de pigmento que contiene uno o varios pigmentos inorgánicos y/u orgánicos y al menos un coadyuvante de filtración inorgánico, caracterizado porque el coadyuvante de filtración inorgánico se selecciona de gel de sílice y/o perlita.
- 5 2.- Granulado de pigmento según la reivindicación 1, caracterizado porque como pigmentos inorgánicos se usan pigmentos de óxido de hierro, dióxido de titanio, óxido de cromo, óxido de cinc, óxido de manganeso, de fases mixtas de rutilo y negro de humo (pigmentos de carbono) o mezclas de los mismos.
- 3.- Granulado de pigmento según la reivindicación 1, caracterizado porque como pigmentos orgánicos se usan pigmentos azoicos, de quinacridona, ftalocianina y perileno e indigoides o mezclas de los mismos.
- 10 4.- Granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el granulado de pigmento contiene uno o varios coadyuvantes de filtración inorgánicos con un valor de  $d_{50}$  inferior a 80  $\mu\text{m}$ , especialmente inferior a 40  $\mu\text{m}$ , según el procedimiento de medición dado a conocer.
- 5.- Granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el granulado de pigmento se descompone en contacto con un exceso significativo de agua en el transcurso de menos de un minuto, especialmente en el transcurso de menos de 30 segundos, sin acción mecánica, produciéndose esencialmente la descomposición completa de la estructura primaria de las partículas granulares con liberación del pigmento.
- 15 6.- Granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el granulado de pigmento contiene uno o varios coadyuvantes de filtración inorgánicos en una cantidad total del 0,01 al 10 % en peso, especialmente del 0,1 al 7,5 % en peso, referido a la cantidad total del granulado de pigmento.
- 20 7.- Granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el granulado de pigmento contiene cargas en una cantidad total de como máximo el 40 % en peso, especialmente de como máximo el 10 % en peso, referido al granulado de pigmento.
- 8.- Granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque al menos el 85 % del granulado de pigmento presenta un tamaño de partícula en el intervalo de 60 a 3000  $\mu\text{m}$ , especialmente en el intervalo de 80 a 1500  $\mu\text{m}$ .
- 25 9.- Granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el granulado de pigmento está presente como granulado en perlas.
- 10.- Granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el granulado de pigmento está presente como granulado comprimido o briquetado.
- 30 11.- Granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el granulado de pigmento presenta un contenido de agua residual inferior al 5 % en peso, especialmente inferior al 4 % en peso.
- 12.- Procedimiento para la preparación de un granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque uno o varios pigmentos inorgánicos y/u orgánicos se mezclan con al menos un coadyuvante de filtración inorgánico basado en gel de sílice y/o perlita, así como dado el caso otros coadyuvantes y/o cargas, y la mezcla se somete a un proceso de granulación.
- 35 13.- Procedimiento para la preparación de un granulado de pigmento según la reivindicación 12, caracterizado porque la mezcla del coadyuvante de filtración inorgánico con uno o varios pigmentos inorgánicos u orgánicos se realiza en la fase húmeda.
- 14.- Procedimiento para la preparación de un granulado de pigmento según la reivindicación 13, caracterizado porque la mezcla del coadyuvante de filtración inorgánico con uno o varios pigmentos inorgánicos u orgánicos se realiza en fase seca.
- 40 15.- Uso del granulado de pigmento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 11 para la coloración de materiales de construcción unidos por cal y/o cemento, para la coloración de asfalto y papel y para la coloración de medios orgánicos y para la preparación de pinturas de dispersión y suspensiones.