

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 904**

51 Int. Cl.:
C09C 3/08 (2006.01)
C09C 3/00 (2006.01)
C09C 1/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05851988 .5**
96 Fecha de presentación: **21.11.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1814954**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **08.08.2007**

54 Título: **Composiciones y métodos que comprenden pigmentos y agentes dispersantes polipróticos**

30 Prioridad:
24.11.2004 US 996718

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.06.2012

73 Titular/es:
**MILLENNIUM INORGANIC CHEMICALS, INC.
20 WIGHT AVENUE, SUITE 100
HUNT VALLEY, MD 21020, US**

72 Inventor/es:
**EL-SHOUBARY, Modasser;
HOPKINS, Robert M.;
BOWEN, Karen L. y
BELL, David E.**

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

ES 2 383 904 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

Composiciones y métodos que comprenden pigmentos y agentes dispersantes polipróticos

Antecedentes de la invención

- 5 Se usan pigmentos en una amplia gama de recubrimientos como, por ejemplo, pinturas, plásticos, papel, estratificados, imprimaciones resistentes a la corrosión y capa final de pinturas decorativas en mercados del automóvil, industriales y de accesorios. Los recubrimientos contienen una mezcla de materiales sólidos y líquidos que forma una película cuando se aplica a una superficie y se deja curar el recubrimiento. El material sólido de un recubrimiento es una mezcla de pigmentos, cargas y resinas. Típicamente, el pigmento proporciona poder de recubrimiento e influye en el brillo y la resina forma la película cuando el recubrimiento se cura.
- 10 Se han realizado esfuerzos significativos para producir pigmentos con las características deseadas (por ejemplo, estabilidad, viscosidad, poder de recubrimiento, poder colorante y/o brillo) para la aplicación particular. Muchas referencias de la técnica anterior describen tratar la superficie de un pigmento con ciertos compuestos como, por ejemplo, alúmina, sílice, fosfatos y/o silanos, para impartir al pigmento la característica deseada para la aplicación final particular.
- 15 Otras referencias de la técnica anterior describen usar uno o más agentes dispersantes que se pueden añadir a un pigmento o suspensión de un pigmento para obtener un recubrimiento que tenga las características deseadas antes mencionadas. Estos agentes dispersantes se pueden preparar, por ejemplo, por reacción de una amina, como por ejemplo trietanolamina, con un ácido poliprótico, como por ejemplo un ácido policarboxílico. Típicamente, la relación molar de amina a ácido poliprótico es menor que 3:1 (por ejemplo, 1:1, 2:1, 2,5:1).
- 20 La patente de Estados Unidos número 4.752.340 describe pigmentos de dióxido de titanio caracterizados por su facilidad de dispersión y desarrollo de mayor brillo en recubrimientos de superficies de vehículos y por su menor tendencia a adsorber humedad, pigmentos de dióxido de titanio que comprenden partículas de dióxido de titanio depositadas sobre un agente de tratamiento que comprende por lo menos una sal de una amina y un ácido poliprótico que tiene un pKa mayor que aproximadamente 2,5 y una solubilidad en agua a 20°C de por lo menos 2,0 por ciento en peso y una alcanolamina que tiene un pKb mayor que aproximadamente 4,4.

- 25 La solicitud de patente de Estados Unidos número 2002/0099126 describe un pigmento, preferiblemente de dióxido de titanio, que ha sido tratado con un compuesto de un ácido organofosfórico, como un organopirofosfato o un organopolifosfato, representados por la fórmula $R'_n-P_{n-2}O_{4+3(n-3)}$ en la que $n = 4-14$ y R' es un grupo orgánico que tiene 2 a 22 átomos de carbono. El compuesto del ácido organofosfórico se obtiene por reacción de alcoholes orgánicos, como butanol, y P_2O_5 y/o ácido fosfórico. El compuesto se puede usar en su forma de sal en una cantidad de preferiblemente 0,7 a 1,2% en peso, basado en el peso del pigmento base. El pigmento base puede ser pretratado con óxidos metálicos adicionales, como alúmina. Se describe añadir el ácido organofosfórico a una suspensión del pigmento antes de la filtración y lavado, aunque se menciona que este procedimiento no es muy eficiente. Puede estar presente un disolvente, como agua, alcohol, etc. El ácido organofosfórico se puede añadir a un micronizador junto con el polvo del pigmento que se ha de triturar. El producto se puede usar en aplicaciones de recubrimientos acuosos o como aditivo en matrices poliméricas.
- 30
- 35

- Desafortunadamente, algunas suspensiones preparadas usando agentes dispersantes de la técnica anterior tienen menor estabilidad durante su almacenamiento porque el pigmento se puede separar de la suspensión haciendo que la suspensión sea difícil de transportar y bombear. Al incorporar el pigmento en un recubrimiento adecuado, el poder de recubrimiento, poder colorante y/o brillo resultantes del recubrimiento pueden no ser aceptables comercialmente.
- 40

Hay necesidad de nuevas composiciones de pigmentos y de nuevos métodos para producir, con velocidades altas de producción, pigmentos aceptables comercialmente. También son necesarias composiciones de pigmentos que tengan mayor estabilidad, poder de recubrimiento, poder colorante y/o brillo.

Resumen de la invención

- 45 En diversas realizaciones, se proporcionan composiciones y métodos para preparar pigmentos que tienen mayor estabilidad, poder de recubrimiento, poder colorante y/o brillo. En diversas realizaciones, se proporciona una composición de un pigmento que comprende un nuevo agente dispersante, que se puede incorporar fácilmente en procesos actuales de producción de pigmentos y que se puede preparar a costes reducidos.

- 50 En una realización, se proporciona un pigmento que comprende una partícula base y un agente dispersante, comprendiendo el agente dispersante una sal y/o éster de: (i) una amina, alcohol y/o alcanolamina y (ii) un ácido poliprótico, en el que el agente dispersante se prepara combinando la amina, alcohol y/o alcanolamina con el ácido poliprótico en una relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico mayor que 3:1.

En otra realización, se proporciona una suspensión de un pigmento que comprende dióxido de titanio y un agente dispersante, comprendiendo el agente dispersante una sal y/o éster de: (i) una amina, alcohol y/o alcanolamina y (ii)

un ácido poliprótico, en el que el agente dispersante se prepara combinando la amina, alcohol y/o alcanolamina con el ácido poliprótico en una relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico mayor que 3:1.

5 En otra realización, se proporciona un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio, que comprende añadir un ácido poliprótico a una amina, alcohol y/o alcanolamina para formar un agente dispersante, y añadir dióxido de titanio al agente dispersante para preparar el pigmento de dióxido de titanio, en el que la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico es mayor que 3:1.

10 En una realización que sirve de ejemplo, se proporciona un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio, que comprende: (a) preparar una suspensión acuosa de dióxido de titanio, y (b) añadir a la suspensión en cualquier orden (i) un ácido poliprótico que no contiene ningún ácido carboxílico y (ii) una amina, alcohol y/o alcanolamina, en el que la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico es mayor que 3:1.

15 En otra realización que sirve de ejemplo, se proporciona un pigmento que comprende una partícula base y un agente dispersante, comprendiendo el agente dispersante una sal y/o éster de: (i) una amina, alcohol y/o alcanolamina y (ii) un ácido poliprótico, en el que el agente dispersante se prepara combinando la amina, alcohol y/o alcanolamina con el ácido poliprótico en una relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico mayor que 3:1, y un disolvente.

Características adicionales y ventajas de diversas realizaciones se especificarán en parte en la descripción que sigue y en parte serán evidentes por la descripción o se conocerán por la práctica de diversas realizaciones. Otras ventajas de diversas realizaciones se conseguirán por medio de los elementos y combinaciones especificadas particularmente en la descripción y en las reivindicaciones adjuntas.

20 Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es una ilustración gráfica del perfil de la viscosidad del dióxido de titanio y del nuevo agente dispersante, en comparación con un pigmento de dióxido de titanio y un agente dispersante de la técnica anterior.

25 La figura 2 es una ilustración gráfica de un ensayo de evaluación de la dureza, con un dinómetro, de un pigmento de dióxido de titanio que tiene el nuevo agente dispersante y que ha sido almacenado durante 10 días, en comparación con un pigmento de dióxido de titanio que tiene un agente dispersante de la técnica anterior. La evaluación de la dureza con un dinómetro determina la fuerza necesaria para hacer pasar una probeta por una suspensión de dióxido de titanio.

Descripción detallada de la invención

30 Para los fines de esta memoria y de las reivindicaciones adjuntas, salvo que se indique lo contrario, se ha de entender que todos los números que expresan cantidades de ingredientes, porcentajes o proporciones de materiales, condiciones de reacciones y otros valores numéricos usados en la memoria y en las reivindicaciones están modificados en todos los casos por el término "aproximadamente". En consecuencia, salvo que se indique lo contrario, los parámetros numéricos especificados en la siguiente memoria y en las reivindicaciones adjuntas son aproximaciones que pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas previstas que se han de obtener por
35 la presente invención. Como mínimo, y sin intención de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico debe ser interpretado por lo menos a la vista del número de dígitos significativos indicados y aplicando técnicas ordinarias de redondeo.

40 Con independencia de los intervalos y parámetros numéricos especificados, el alcance amplio de la invención son aproximaciones y los valores numéricos indicados en los ejemplos específicos se expresan lo más exactamente posible. Sin embargo, cualquier valor numérico contiene inherentemente ciertos errores resultantes necesariamente de la desviación estándar encontrada en sus respectivas mediciones de ensayo. Además, se ha de entender que todos los intervalos descritos en la presente memoria abarcan cualesquiera y todos los subintervalos incluidos en aquellos. Por ejemplo, un intervalo "de 1 a 10" incluye cualesquiera y todos los subintervalos entre el valor mínimo 1 y el valor máximo 10, ambos inclusive, esto es, cualesquiera y todos los subintervalos que tienen un valor mínimo
45 igual o mayor que 1 y un valor máximo igual o menor que 10, por ejemplo, 5,5 a 10.

Se ha de indicar que, en esta memoria y en las reivindicaciones adjuntas, las formas en singular "un", "una" "el" y "la" incluyen el plural salvo que se limite expresa e inequívocamente a un referente. Así, por ejemplo, la referencia a "un monómero" incluye dos o más monómeros.

50 A continuación se hará referencia en detalle a ciertas realizaciones de la invención. Aunque se describirá la invención conjuntamente con las realizaciones ilustradas, se debe entender que la invención no está limitada a esas realizaciones. Por el contrario, se pretende que la invención abarque todas las alternativas, modificaciones y equivalentes que puedan estar incluidos en la invención que queda definida por las reivindicaciones adjuntas.

Pigmentos

Los métodos y las composiciones de pigmentos de la presente invención incluyen partículas base. La partícula base puede ser inorgánica, orgánica o combinaciones de ambas. Ejemplos de partículas base orgánicas incluyen, pero sin carácter limitativo, pigmentos de perileno, perinona, quinacridona, quinacridonaquinona, antraquinona, antantrona, bencimidazolona, indantrona, ftalcianina, triarilcarbonio, dioxazina, aminoantraquinona, dicetopirrolpirrol, tioíndigo, tiazinoíndigo, isoindolina, isoindolinona, pirantrona o isoviolantrona o combinaciones de estos pigmentos. Ejemplos de partículas base inorgánicas incluyen, pero sin carácter limitativo, óxidos de silicio, titanio, circonio, cinc, magnesio, aluminio, hierro y combinaciones de estos óxidos, carbonato cálcico, caolín, talco, arcilla, mica o combinaciones de estos compuestos. La partícula base se puede usar en las presentes composiciones de pigmentos en un intervalo amplio de porcentajes en peso determinados fácilmente por los expertos en la técnica.

En diversas realizaciones, la partícula base comprende, como dióxido de titanio, rutilo o anatasa o combinaciones de estos compuestos. El dióxido de titanio se puede fabricar por métodos conocidos en la técnica, como mediante el proceso del cloruro o sulfato. El dióxido de titanio se puede usar directamente del reactor de oxidación o se puede colocar en una suspensión acuosa o no acuosa. Se pueden preparar suspensiones de dióxido de titanio por métodos conocidos en la técnica. En diversas realizaciones, el contenido de sólidos de la suspensión es de aproximadamente 40 a aproximadamente 85%. El pH y la temperatura de la suspensión se pueden determinar y ajustar por métodos conocidos en la técnica para optimizar el proceso de tratamiento en húmedo.

En diversas realizaciones, las suspensiones producidas por métodos de la presente invención pueden tener viscosidades que varían dentro de un amplio intervalo dependiendo del uso de la suspensión y de las condiciones del proceso y del equipo al que se someterán (mezclado, filtración, lavado, trituración, micronización, bombeo, etc.). Las suspensiones de la presente invención tienden generalmente a no ser fácilmente bombeables a una viscosidad Brookfield mucho mayor que aproximadamente 1.500 cp. Se prefieren suspensiones que tienen una viscosidad Brookfield menor que aproximadamente 1.500 cp, aún más preferiblemente suspensiones que tienen una viscosidad Brookfield menor que aproximadamente 1.000 cp.

Opcionalmente la partícula base de dióxido de titanio puede ser tratada en su superficie, por ejemplo, con compuestos de silicio, compuestos de aluminio, compuestos de circonio o combinaciones de estos compuestos, y ser usada después para hacer el recubrimiento. Compuestos de silicio adecuados para el tratamiento en húmedo incluyen, pero sin carácter limitativo, silicato sódico, silicato potásico, etc. Compuestos de aluminio adecuados para el tratamiento en húmedo incluyen, pero sin carácter limitativo, aluminato sódico, aluminato potásico, sulfato de aluminio, etc. Compuestos de circonio adecuados para el tratamiento en húmedo incluyen, pero sin carácter limitativo, oxiclورو de circonio, sulfato de circonio, etc. Los compuestos de silicio, aluminio y circonio se pueden añadir en un porcentaje en peso de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 5,0%, basado en el peso total de la partícula base de dióxido de titanio.

En diversas realizaciones, después del tratamiento en húmedo, las partículas base se pueden recuperar por filtración, lavar hasta eliminar sustancialmente las sales solubles adheridas al pigmento, secar y someter a la trituración final usando técnicas de trituración mediante energía por un fluido conocidas en la técnica. Opcionalmente, el pigmento lavado y seco puede ser micronizado en un micronizador por vapor de agua a intensidades conocidas por los expertos en la técnica para producir la distribución deseada de tamaños de las partículas. En diversas realizaciones, el tamaño de las partículas base está comprendido entre aproximadamente 0,1 y aproximadamente 1 micrómetro.

Opcionalmente, durante la micronización por aire o por vapor de agua se puede añadir al pigmento un compuesto orgánico como, por ejemplo, trimetilolpropano o pentaeritrol, en cantidades de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,4% en peso, basado en peso de la partícula base de dióxido de titanio.

En diversas realizaciones, la partícula de dióxido de titanio puede ser incorporada a un recubrimiento. Los recubrimientos típicos incluyen una resina, un pigmento, un agente dispersante y otros aditivos. Cuando se aplica un recubrimiento a una superficie, forma una capa protectora y/o decorativa sobre la superficie. Ejemplos de recubrimientos incluyen, pero sin carácter limitativo, pintura, colorante, barniz, laca, plástico, etc.

Los recubrimientos de la presente invención incluyen una o más resinas. Las resinas adecuadas para uso en recubrimientos incluyen monómeros o polímeros o combinaciones de estos que sean compatibles con el recubrimiento y con la aplicación final. Las resinas adecuadas incluyen, pero sin carácter limitativo, resinas de poliéster, poliuretano, poliacrílicas, poliéster-epoxi o combinaciones de estas resinas. Las resinas adecuadas de poliéster se pueden obtener, por ejemplo, mediante reacción de polimerización-condensación entre un ácido polibásico saturado o un anhídrido de éste y un polialcohol.

Ejemplos de resinas epoxídicas incluyen, pero sin carácter limitativo, resinas de bisfenol A, resinas de novolaca-epoxi, resinas epoxídicas cíclicas o combinaciones de estas resinas. Las resinas acrílicas se pueden obtener por copolimerización de monómeros funcionales, como ácido acrílico, y diversos monómeros copolimerizables como, por ejemplo, monómeros insaturados olefínicos, como etileno, propileno e isobutileno, monómeros aromáticos, como

- estireno, viniltolueno, α -metilestireno, ésteres de ácido acrílico y ácido metacrílico con alcoholes que tienen 1 a 18 átomos de carbono, como acrilato de metilo, metacrilato de metilo, acrilato de etilo, metacrilato de etilo, acrilato de propilo, metacrilato de propilo, acrilato de n-butilo, metacrilato de n-butilo, acrilato de isobutilo, metacrilato de isobutilo, acrilato de ciclohexilo, metacrilato de ciclohexilo, acrilato de laurilo, metacrilato de laurilo, ésteres vinílicos de ácidos carboxílicos que tienen 2 a 11 átomos de carbono, como acetato de vinilo, propionato de vinilo, 2-etilhexilacrilato de vinilo u otros comonomeros, como cloruro de vinilo, acrilonitrilo y metacrilonitrilo. Ejemplos de resinas de poliuretano incluyen, pero sin carácter limitativo, polímeros bloqueados de uretano obtenidos por policondensación de isocianatos con diversos polioles.
- Las resinas incluyen resinas acrílicas que contienen por molécula por lo menos un grupo hidroxilo y un grupo epoxi. Dichas resinas acrílicas se pueden obtener, por ejemplo, copolimerizando un monómero hidroxilado polimerizable, monómero epoxídico polimerizable, monómero acrílico polimerizable y, si fueran necesarios, otros monómeros polimerizables. Monómero hidroxilado polimerizable es un compuesto que contiene por molécula por lo menos un grupo hidroxilo y un doble enlace polimerizable, ejemplos de los cuales incluyen acrilato de 2-hidroxietilo, metacrilato de 2-hidroxietilo, acrilato de hidroxipropilo, metacrilato de hidroxipropilo, acrilato de hidroxibutilo, metacrilato de hidroxibutilo o (met)acrilato de hidroxialquilo, que se obtienen por reacción de los compuestos antes mencionados con lactonas. Monómero epoxídico polimerizable es un compuesto que contiene por molécula por lo menos un grupo epoxi y un doble enlace polimerizable, ejemplos de los cuales incluyen acrilato de glicidilo, metacrilato de glicidilo y alil glicidil éter. Los monómeros acrílicos polimerizables incluyen productos monoesterificados de ácido acrílico o ácido metacrílico con monoalcoholes C₁-C₂₀, ejemplos específicos de los cuales incluyen acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de propilo, acrilato de butilo, acrilato de hexilo, acrilato de 2-etilhexilo, acrilato de estearilo, acrilato de laurilo, acrilato de ciclohexilo, metacrilato de metilo, metacrilato de etilo, metacrilato de propilo, metacrilato de butilo, metacrilato de hexilo, metacrilato de 2-etilhexilo, metacrilato de estearilo, metacrilato de laurilo y metacrilato de ciclohexilo. Además, como monómeros acrílicos polimerizables también se pueden usar ésteres de alcoxilquilo C₂-C₂₀ y ácido acrílico o ácido metacrílico.
- Las resinas preferidas incluyen resinas alquídicas, acrílicas, de uretano, poliéster, epoxídicas, vinílicas o combinaciones de estas resinas. Las resinas particularmente preferidas incluyen aceite de soja epoxídica acrilada, mezclas de monómeros u oligómeros de epoxiacrilatos, aceite de linaza epoxídica acrilada, monoacrilato-etoxilato de nonilfenol, monoacrilato-etoxilato de fenol, diacrilato de polietilenglicol 200, acrilato difuncional alifático, acrilato monofuncional aromático, epoxidiacrilato de bisfenol A, diacrilato-etoxilato de bisfenol A, diacrilato-propoxilato de neopentilglicol, epoxidiacrilato modificado de ácido graso, epoxidiacrilato modificado de amina, diacrilato-propoxilato de 1,6-hexanodiol, ésteres de diacrilato de tripropilenglicol, acrilato de 2-fenoxietilo, acrilato de uretano aromático difuncional, acrilato difuncional alifático, oligómero de acrilato de poliéster, oligómero de acrilato de poliéster ácido funcional, triacrilato-propoxilato de trimetilolpropano, ésteres de triacrilato de trimetilolpropano, triacrilato de trimetilolpropano, triacrilato-propoxilato de glicerilo o combinaciones de estas resinas.
- En diversas realizaciones, el recubrimiento puede comprender un disolvente. Los disolventes adecuados incluyen, por ejemplo, disolventes no acuosos. Ejemplos de disolventes no acuosos incluyen, pero sin carácter limitativo, acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de isopropilo, acetato de metoxipropilo, metanol, alcohol isopropílico, butanol, metoxipropanol, alcoholes minerales, petróleo, metil etil cetona, dietil cetona, tetrahidrofurano, acetato de butilo, butilglicol, hidrocarburos o combinaciones de estos disolventes.
- En diversas realizaciones, el recubrimiento incluye aglutinantes y/o colorantes. El aglutinante une las partículas del pigmento formando una película uniforme de recubrimiento y mejora la adherencia del recubrimiento a la superficie a la que se aplica. La naturaleza y cantidad del aglutinante a usar son conocidas por los expertos ordinarios en la técnica y pueden depender de las propiedades funcionales del recubrimiento como, por ejemplo, aptitud de ser lavado, dureza, adherencia y retención del color.
- Los colorantes incluyen una o más sustancias que contribuyen al color del recubrimiento. Ejemplos de colorantes incluyen tintes que se puede añadir al recubrimiento para producir colores específicos.
- En diversas realizaciones, el recubrimiento puede ser aplicado a una superficie usando cualquier técnica conocida por los expertos, incluidos, pero sin carácter limitativo, recubrimiento por aspersión, recubrimiento con cepillo, recubrimiento en polvo y recubrimiento con cepillos o cuchillas de aplicación. Una vez aplicado el recubrimiento, se puede curar para formar una película. Los métodos de curado son conocidos en la técnica e incluyen, pero sin carácter limitativo, secado por aire, calentamiento en horno, curado en frío, curado con luz, como luz ultravioleta, microondas, infrarrojos o combinaciones de estos métodos.
- Agente dispersante
- Las composiciones de pigmentos de la presente invención incluyen un agente dispersante que comprende una sal y/o éster de: (i) una amina, alcohol y/o alcanolamina, y (ii) un ácido poliprótico inorgánico y/u orgánico, en el que la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico es mayor que 3:1. En diversas realizaciones, la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico es de 4:1 a aproximadamente 20:1. Esta relación molar permite la producción de pigmentos que tienen mayor estabilidad, poder de recubrimiento, poder colorante y/o brillo.

En diversas realizaciones, el agente dispersante comprende una sal procedente de la reacción de una amina con un ácido poliprótico o el agente dispersante puede ser una sal o un éster procedente de la reacción de un alcohol o alcanolamina con un ácido poliprótico, o una combinación de una sal y un éster procedentes de estas reacciones.

5 Una o más aminas, alcoholes y/o alcanolaminas adecuadas para uso en la preparación del agente dispersante de la presente invención incluyen, pero sin carácter limitativo, aminoalcoholes, dioles, trioles, aminopolioles, polioles, aminas primarias, aminas secundarias, aminas terciarias, aminas cuaternarias o combinaciones de estos compuestos. En diversas realizaciones, las aminas y/o alcoholes preferidos incluyen, pero sin carácter limitativo, trietilamina, dietilamina, etilendiamina, dietanolamina, trietanolamina, 2-amino-2-metil-1-propanol, 1-amino-1-butanol, 1-amino-2-propanol, 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-etil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-hidroximetil-1,3-propanodiol, metanol, alcohol isopropílico, butanol, metoxipropanol, trimetiloletano, trimetilolpropano, pentaeritritol, etilenglicol, propilenglicol o combinaciones de estos compuestos.

10 El uno o más ácidos polipróticos adecuados para uso en la presente invención son capaces de perder más de un ion H^+ o protón. En una realización preferida, el uno o más ácidos polipróticos no contienen sustancialmente ningún ácido carboxílico. "No contiene sustancialmente ningún ácido carboxílico" significa que el ácido poliprótico no contiene ningún ácido carboxílico o contiene cantidades menores o traza. En diversas realizaciones, el ácido poliprótico comprende menos de 1% de ácido carboxílico. En una realización preferida, el ácido poliprótico comprende un ácido poliprótico inorgánico.

15 El uno o más ácidos polipróticos pueden estar neutralizados total o parcialmente por la una o más aminas y/o alcoholes. Ácidos polipróticos adecuados para uso en la preparación del agente dispersante de la presente invención incluyen, pero sin carácter limitativo, ácido fosfórico, ácido polifosfórico, ácido fosfónico, ácido fosfínico, ácido metafosfórico, ácido pirofosfórico, ácido hidrofosfórico, pentóxido de fósforo, otros derivados de ácidos de fósforo o derivados de cualquier ácido que contenga fósforo o combinaciones de estos ácidos.

20 En diversas realizaciones, el agente dispersante se puede preparar añadiendo la amina, alcohol y/o alcanolamina al ácido poliprótico, o viceversa, para formar el agente dispersante que comprende la sal y/o éster de una amina, alcohol y/o alcanolamina y el ácido poliprótico. En diversas realizaciones, se pueden añadir y mezclar los reaccionantes necesarios para preparar el agente dispersante usando un mezclador o cualquier otro dispositivo de mezclado de alta velocidad, para proporcionar un mezclado uniforme a temperaturas dentro del intervalo de aproximadamente 10 a aproximadamente 270°C. Sin embargo, la presente invención no está limitada a una velocidad particular de mezclado ni a un intervalo particular de temperatura.

25 El método de preparar el agente dispersante se incorpora fácil y flexiblemente a procesos actuales de producción de pigmentos. La amina, alcohol y/o alcanolamina y el ácido poliprótico se pueden añadir a la partícula base del pigmento por separado, en cualquier orden, o se pueden añadir en forma de mezcla con un disolvente como, por ejemplo, agua, a la partícula base.

30 En diversas realizaciones, la amina, alcohol y/o alcanolamina o el ácido poliprótico o el producto de reacción formado se pueden añadir a la partícula base antes del tratamiento en húmedo o a la torta de un filtro de lavado antes del secado por aspersión, o a un dispositivo de trituración de alta intensidad o a la alimentación de un micronizador antes o simultáneamente con la micronización. En diversas realizaciones, el ácido poliprótico se añade a una suspensión del pigmento antes del tratamiento en húmedo y la amina, alcohol y/o alcanolamina se añaden durante la micronización del pigmento.

35 En diversas realizaciones, el agente dispersante de la presente invención, cuando se añade a un pigmento, imparte al pigmento estabilidad de la viscosidad y resistencia a la floculación. Típicamente, el agente dispersante puede estar presente en la composición del pigmento en porcentajes en peso de hasta aproximadamente 5%, basado en el peso de la partícula base del pigmento. En diversas realizaciones, el agente dispersante está presente en cantidades de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 2%, basado en el peso de la partícula base del pigmento.

40 El mezclado del agente dispersante con la partícula base del pigmento se puede realizar mediante métodos de mezclado conocidos en la técnica. Así, el mezclado se puede realizar, por ejemplo, con un mezclador o con cualquier otro dispositivo mezclador de alta velocidad. Para el mezclado se prefieren generalmente velocidades de las aspas de 50 rpm o más, por ejemplo, de 1.000 a 3.000 rpm.

45 La partícula base del pigmento se puede someter a técnicas de trituración o molienda para reducir el tamaño de partículas del contenido de sólidos de la suspensión. La trituración o molienda se puede diferenciar del mezclado en que, en el mezclado, no hay sustancialmente reducción del tamaño de las partículas del pigmento ni de otros sólidos. Típicamente, la trituración requiere usar medios de trituración o molienda que se usan para reducir el tamaño de las partículas del pigmento y de otros sólidos presentes en la suspensión. Ejemplos de medios de trituración o molienda incluyen molinos de bolas, por ejemplo, molinos de arena, trituradores de cono o giratorios, molinos de atrición de disco, molidos de rodillos y coloidales, molinos con tamices, granuladores, molinos de carcasa y martillo, molinos de púas y universales, molinos y rompedores por impacto, trituradoras de mandíbulas, trituradoras de chorro y por energía de un fluido, trituradoras de rodillos, molinos de disco, rodillos verticales, rodillos de presión, etc.

Propiedades del pigmento

- En diversas realizaciones, se ha descubierto que los pigmentos producidos con el nuevo dispersante por los métodos de la presente invención tienen mayor estabilidad que pigmentos preparados usando dispersantes convencionales. La estabilidad incluye la aptitud del pigmento a resistir alteraciones con el tiempo. Por ejemplo, cuando el pigmento se incorpora en una suspensión, algunas de las propiedades de mayor estabilidad incluyen, pero sin carácter limitativo, mayor fluidez, viscosidad, facilidad de bombeo y facilidad de dispersión y menor tendencia a flocular con el tiempo. En diversas realizaciones, la mayor estabilidad incluye disminución de la velocidad, reducción de la cantidad y/o suavidad de la sedimentación.
- La estabilidad de un pigmento puede ser determinada por métodos conocidos en la técnica. Métodos de medir la estabilidad incluyen, pero sin carácter limitativo, ensayos de evaluación de la dureza con un dinómetro, ensayos de viscosidad Brookfield, examen visual, porcentaje de sólidos del líquido, etc.
- En diversas realizaciones, se ha descubierto que los pigmentos producidos con el nuevo dispersante por los métodos de la presente invención tienen un poder de recubrimiento mayor o comparable al de pigmentos preparados usando dispersantes convencionales. El poder de recubrimiento de un pigmento es un término admitido en la técnica e incluye la aptitud del pigmento a recubrir u oscurecer una superficie, coloración o tinte sobre el que se ha aplicado uniformemente.
- En diversas realizaciones, el poder de recubrimiento incluye el espesor mínimo de la película en el que no se puede reconocer a simple vista el color de la superficie recubierta con la película. Por ejemplo, el poder de recubrimiento puede incluir un espesor mínimo de la película cuando se forma una película sobre una superficie, por ejemplo, una superficie a cuadros blancos y negros que, cuando se realiza una observación visual desde encima de la película, el color blanco y negro de la superficie es sustancialmente irreconocible. Preferiblemente, el poder de recubrimiento de un recubrimiento incluye la superficie que una unidad de volumen del recubrimiento húmedo recubre con un espesor de película suficiente para producir una relación de contraste de 98% cuando se haya secado la película. Se usa la relación de contraste de 98% porque es el límite fuera del cual no es detectable a simple vista un incremento de la relación de contraste. Típicamente, la unidad del poder de recubrimiento es m^2/l .
- En diversas realizaciones, el mayor poder de recubrimiento incluye incrementos del poder de recubrimiento de hasta aproximadamente 40%, preferiblemente incrementos de aproximadamente 5 a aproximadamente 40% y más preferiblemente incrementos de aproximadamente 10 a aproximadamente 20%, comparado con el de pigmentos sin el nuevo agente dispersante.
- En diversas realizaciones, se ha descubierto que los pigmentos producidos con los nuevos dispersantes por los métodos de la presente invención tienen un poder colorante mayor o comparable al de pigmentos preparados usando dispersantes convencionales. El poder colorante de un pigmento es un término admitido en la técnica e incluye la aptitud de un pigmento o pintura a modificar el color de otro pigmento o pintura de un color diferente. Por ejemplo, en realizaciones en las que la pintura contiene dióxido de titanio, cuanto más cambie el color del tinte o pintura (por ejemplo, cuanto menos cambie el color blanco), mayor es el poder colorante de la pintura blanca.
- En diversas realizaciones de la presente invención, se ha descubierto que los pigmentos producidos con los nuevos dispersantes por los métodos de la presente invención tienen un brillo mayor o comparable al de pigmentos preparados usando dispersantes convencionales. El potencial de brillo de un pigmento puede estar influido, por ejemplo, por el tamaño de las partículas base y por el número de partículas con un diámetro mayor que 500 nanómetros. Típicamente, un porcentaje mayor de partículas de tamaño superior reducirá el potencial de brillo. Tamaños uniformes de partículas dan mejor relleno del pigmento en la película, con lo que se incrementa el potencial de brillo.
- El grado de dispersión de las partículas base contribuye significativamente al brillo. Se consigue un brillo mayor cuando la distribución de tamaños de las partículas del pigmento es estrecha y se minimiza la proporción de material de tamaño superior. El agente dispersante imparte mejores características de dispersión y resistencia a la floculación permitiendo la producción de composiciones de pigmentos que demuestran un potencial alto de brillo en una gama amplia de sistemas de recubrimiento.
- Un brillo mayor incluye incrementos de aproximadamente 1 a aproximadamente 100%, más preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 90% y lo más preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 60%. El brillo puede ser determinado por métodos conocidos en la técnica. Por ejemplo, se puede determinar el brillo incorporando el pigmento en una pintura de recubrimiento y midiendo el brillo usando un medidor de brillo a ángulos de, por ejemplo, 20, 45, 60 y 85 grados.
- Habiendo descrito la invención en general, ésta puede ser entendida más fácilmente mediante los siguientes ejemplos de referencia que se proporcionan a modo ilustrativo y no limitativo de la presente invención, salvo que se especifique lo contrario.

Ejemplos

Estos ejemplos muestran, en diversas realizaciones, que pigmentos preparados usando los nuevos dispersantes tienen estabilidad, poder de recubrimiento, poder colorante y/o brillo similares o mejores que pigmentos preparados con agentes dispersantes disponibles comercialmente.

5 Ejemplo 1

Agitando continuamente, se añadieron 10,2 g de ácido polifosfórico (disponible comercialmente de Aldrich Chemicals) a 100 g de trietanolamina (disponible comercialmente de Aldrich Chemicals). Después de la adición, se subió la temperatura a 50-60°C y después se bajó lentamente hasta la temperatura ambiente. A la temperatura ambiente de 40°C, la mezcla de reacción se diluyó con 40-45 g de agua. La mezcla se agitó después hasta que se disolvió en el agua añadida todo el gel que se había formado inicialmente.

Ejemplo 2

Se realizó un procedimiento de demanda de dispersante para determinar la cantidad de dispersante necesario para dar la viscosidad menor. El procedimiento es el siguiente: Se pesan en un vaso 184,3 g de agua desionizada y se pesan en un platillo 600 g de TiO₂. Con el Dispermat a la velocidad mínima, se vierte lentamente el TiO₂ en el agua. Si fuera necesario, se añaden incrementos predeterminados de dispersante. Para determinar el volumen de dispersante a añadir por incremento, se usa la siguiente fórmula:

Cálculo a 76,5% de sólidos:

$$cc = \frac{\% \text{ en peso de componente activo presente en el TiO}_2 \text{ por incremento} \times 600}{S \times \rho \times 100}$$

cc = centímetros cúbicos por incremento

20 S = porcentaje de sólidos del dispersante (fracción decimal)

ρ = peso específico del dispersante (g/cm³)

El incremento usual es 0,05% de dispersante activo sobre peso de TiO₂, aunque también se pueden usar otras cantidades. Después de haber añadido todo el dióxido de titanio, se dispersa durante cinco minutos a 5.000 rpm y se mide después la viscosidad. Se continúa añadiendo incrementos del dispersante y se anota la viscosidad después de cada adición. Se anotan la viscosidad y la cantidad de dispersante usado. Se repiten los pasos anteriores hasta obtener un mínimo de cuatro lecturas después del punto de viscosidad menor. La figura 1 indica claramente que, aunque se necesite más cantidad del nuevo dispersante para conseguir la misma viscosidad obtenida con el Tamol[®] (marca comercial registrada, disponible comercialmente de Rohm & Haas), aquél genera un perfil mucho mejor de la viscosidad que el Tamol. Un incremento accidental de la cantidad de Tamol tiene una respuesta negativa sobre la viscosidad de la suspensión mientras que el nuevo dispersante tiene un efecto muy pequeño, como se ve en la figura 1. Dicho efecto permite una ventana más ancha de la planta para funcionar a una velocidad de producción alta.

Ejemplo 3

35 Se prepararon dos muestras de suspensión de aproximadamente 76,5% mezclando 184,3 g de agua con 600 g de dióxido de titanio (Tiona[®] 596, disponible comercialmente de Millenium Chemicals) usando como dispersante en una muestra 4,3 g (50% de sólidos) de Tamol[®] 1124 (obtenido de Rohm & Haas) y usando en la otra muestra 5,2 g (67% de sólidos) del nuevo dispersante antes preparado. Se determinó el porcentaje de sólidos y la viscosidad Brookfield en las dos muestras y se compararon los resultados con los obtenidos de datos de demanda de dispersante.

40 Se llenaron dos frascos Nalgene de 30 ml con exactamente 76,2 de suspensión de Tiona 596 preparada usando en un frasco Tamol[®] 1124 y en el otro frasco la preparada usando el nuevo dispersante. Después de 10 días, se abren con cuidado los frascos para no alterar su contenido más de lo necesario. Se vierte con cuidado todo el líquido que caerá en forma de corriente continua. Se para el vertido en el momento en que se rompa la corriente continua. En la figura 2 se muestra los resultados del ensayo de evaluación de la dureza con un dinómetro. La gráfica de datos del dinómetro (gráfica 2) muestra que la suspensión de Tiona 596 preparada con el nuevo dispersante tiene más material sedimentado en el recipiente, como se pone de manifiesto por el número mayor de lecturas proporcionadas por el dinómetro.

45 La suspensión de Tiona 596 preparada con el dispersante actual (Tamol 1124) (disponible de Rohm & Haas) exhibe menor material sedimentado en el recipiente. Las propiedades del material sedimentado en cada una de las muestras son el objeto de la discusión de la estabilidad y características funcionales del producto. El dinómetro mide la sedimentación forzando mecánicamente una probeta a través del material sedimentado. Cuanto más penetra la probeta en el material sedimentado, más densa es la sedimentación. Aplicando este principio a los datos de la muestra preparada con Tamol 1124, la última lectura por el dinómetro será infinita. El dinómetro encontró que el

material sedimentado es demasiado duro para que la probeta pueda penetrar sin dañar el equipo. Esto se experimenta también cuando se trata a mano con una espátula el material sedimentado en la muestra de Tiona 596 preparada con Tamol 1124. Es difícil forzar una espátula a través del material sedimentado en el fondo del recipiente con la suspensión de Tiona 596 preparada con Tamol 1124. El sedimento es muy pegajoso y es difícil mover la espátula, lo cual indica que el material sedimentado será muy difícil de reincorporarlo después de su sedimentación. La agitación a mano del recipiente no permite separar material sedimentado del recipiente. Aplicando las mismas evaluaciones a la suspensión preparada con el nuevo dispersante se obtienen resultados notablemente diferentes. El dinómetro puede penetrar completamente el sedimento pasando a través de las capas sedimentadas de material hasta que la probeta contacta con el fondo del recipiente donde el dinómetro encuentra una dureza infinita. Probando a mano con una espátula el material sedimentado, se confirma esta observación. La espátula pasa fácilmente a través del material sedimentado, que se mueve fácilmente y es muy blando. Se agitó a mano el recipiente de material sedimentado de la suspensión preparada con el nuevo dispersante y todo el material sedimentado se vertió del recipiente. Esto indica que aunque la suspensión preparada con el nuevo dispersante sedimento más que la preparada con el Tamol 1124, el sedimento es de carácter tixotrópico haciendo posible con facilidad la reincorporación del material sedimentado. Basándose en la facilidad de reincorporación, la muestra de la suspensión de Tiona 596 preparada con el nuevo dispersante es superior a la muestra preparada con el Tamol 1124.

A partir de estas observaciones, se puede predecir que la introducción en vagones de ferrocarril tendrá poco o ningún efecto sobre sedimentos de la suspensión preparada con Tamol 1124 mientras que la preparada con el nuevo dispersante será muy fluida y, por lo tanto, mucho más fácil de bombear.

Ejemplo 4

Lista de suministradores para las formulaciones

Suspensión de TiO₂ MCH:

	Agua	Servicio municipal de agua de la ciudad de Baltimore
25	Tamol 1124	Rohm & Haas
	AMP-95	Dow Chemical
	TiO ₂	Millenium Chemicals

Esmalte interior de brillo alto (S-11)

	Agua	Servicio municipal de agua de la ciudad de Baltimore
30	QP-4400	Dow Chemical
	Propilenglicol	Lyondell
	Hexilenglicol	Dow Chemical
	Rhoplex AC-417	Rohn & Haas

Pintura decorativa acrílica exterior de brillo (D-603)

35	Agua	Servicio municipal de agua de la ciudad de Baltimore
	QP-4400	Dow Chemical
	Propilenglicol	Lyondell
	Colloids 650	Rhodia
	Triton CA	Dow Chemical
40	Nuosept 635 W	Creanova
	Hidróxido amónico	Fisher Scientific
	Texanol	Eastman Chemical
	AC-2507	Rohm & Haas
	Lampblack 888-9907B	Degussa

45

ES 2 383 904 T3

Pintura plana interior de látex rico en PVC (60 PVC)

	Agua	Servicio municipal de agua de la ciudad de Baltimore
	Tergitol NP9	Dow Chemical
	Lecitina de soja 551	Ross and Rowe
5	Busan 1025	Buckman Lab.
	Colloids 581-B	Vinings
	QP-4400	Dow Chemical
	Hidróxido amónico	Fisher Scientific
	KTPP	Fisher Scientific
10	Omyacarb UF	OYMA
	Vantalac 6H	Vanderbilt
	Etilenglicol	Ashland
	Disolvente Carbitol	Dow Chemical
	UCAR 367	Dow Chemical
15	Negro Dramatone Y-1782	Huls America

Pintura interior de látex de brillo alto HG-700

	HG-700	Rohm & Haas
	Propilenglicol	Lyondell
	BYK-022	BYK Chemie
20	Texanol	Eastman
	Triton X-405	Dow Chemical
	TiO ₂	Millenium Chemicals
	Agua	Servicio municipal de agua de la ciudad de Baltimore
	Benzoato sódico	BF Goodrich
25	Kathon LX 1,5%	Rohm & Haas
	Tamol 681	Rohm & Haas
	Acrysol RM-2020 NPR	Rohm & Haas
	Acrysol RM-825	Rohm & Haas
	Lampblack 888-9907B	Degussa

30 Ensayo de TiO₂ seco/suspensión de TiO₂ en una pintura plana interior de látex rico en PVC (60PVC)

Se preparó con cada una de las muestras de TiO₂ una pintura plana interior de látex rico en PVC (concentración de pigmento en volumen).

La formulación para la pintura de ensayo es la siguiente:

Preparación de pintura a partir de una suspensión de TiO₂

35 Suspensión de TiO₂ cantidad suficiente para proporcionar 200,02 gramos de TiO₂ seco

Agua cantidad suficiente para diluir la suspensión anterior de TiO₂ hasta un contenido constante de sólidos de 48,40%

ES 2 383 904 T3

Pintura base 745,1 gramos

El contenido de sólidos de TiO₂ en cada suspensión es ligeramente diferente. Esto se compensa por la cantidad de agua usada. Esto asegura usar una cantidad consistente de TiO₂ en cada pintura de ensayo.

Preparación de pintura a partir de TiO₂ seco

5 La fórmula para la pintura base es la siguiente:

Pintura plana interior de látex rico en PVC (60 PVC)

Color blanco y brillo

Pintura preparada a partir de una suspensión de TiO ₂			Pintura preparada a partir de TiO ₂ seco		
Material	Kilogramos	Litros	Material	Kilogramos	Litros
Agua	25,69	26,01	Agua	35,53	35,58
Tergitol® NP-10 (JT Baker)	0,54	0,49	Tergitol® NP-10	0,73	0,68
R&R 551-B	1,39	1,29	R&R 551	1,83	1,74
Busan 1025	0,27	0,30	Busan 1025	0,37	0,38
Colloids 581-B	0,11	0,11	Colloids 581-B	0,15	0,15
Cellosize QP-4400	0,80	1,63	Cellosize QP-4400	1,10	2,20
Hidróxido amónico (28%)	0,00	0,00	Hidróxido amónico (28%)	0,00	0,00
KTPP	0,37	0,30	KTPP	0,55	0,45
Agua	20,07	20,10	Agua	68,26	68,40
Omyacarb UF	33,45	12,38	Omyacarb UF	49,81	18,40
Vantalc 6H	27,26	9,92	TiO ₂ calidad plana	73,79	19,72
			Vantalc 6H	40,59	14,76
Triturar durante 15 minutos			Triturar durante 15 minutos		
Agua	64,63	64,73	Agua	65,20	65,34
Etilenglicol	20,07	17,94	Etilenglicol	7,76	6,93
Disolvente Carbitol	8,83	8,59	Disolvente Carbitol	3,42	3,33
Busan 1025	0,00	0,00	Busan 1025	0,00	0,00
Cellosize QP-4400	20,07	40,20	Cellosize QP-4400	7,76	15,56
Hidróxido amónico	0,00	0,00	Hidróxido amónico	0,00	0,00
Ucar 367	189,31	174,58	Ucar 367	135,49	124,96
Total	413,08	378,54	Total	492,33	378,54

La formulación para la pasta colorante es la siguiente:

Material	Kilogramos	Litros
Agua	72,99	73,13
Cellosize QP 4400	2,26	4,50
Agua	150,49	150,77
Busan 1025	0,005	0,00
Negro Dramatone Y-1782	225,74	150,13
Total	451,92	378,54

Procedimiento de fabricación de la pintura

- 10 Esta pintura base se prepara previamente en cantidad suficiente para ensayar varias muestras de suspensión. La trituration del pigmento se realiza en equipo dispersor de alta velocidad equipado con una paleta del tipo de capuchón. Los materiales antes mencionados se añaden en el orden indicado con agitación suficiente para conseguir uniformidad sin batir aire en la carga. Esto se realiza con un mezclador eléctrico equipado con un agitador de álabes. Se preparan pinturas individuales de ensayo mezclando la suspensión y agua y añadiendo después esta mezcla en la pintura base usando un mezclador eléctrico, con un agitador de álabes, a velocidad moderada. Se prepara también un colorante gris de cada pintura de ensayo mezclando 7 gramos de colorante base negro con 200

gramos de pintura blanca de ensayo. Estos componentes se colocan en un bote de 0,24 litros y después se mezclan en un acondicionador de pintura Red Devil durante 4 minutos.

Preparación de los paneles de ensayo

- 5 Los paneles se prepararon con las pinturas de ensayo vertiéndolas cara a cara con una pintura de control. Se prepararon las siguientes cartas:

Tipo de carta	Aplicador	Propiedad a evaluar
Leneta WB	Bird de 51 nm	Poder colorante & Tono del color
Lenetta WB	Bird de 152 nm	Color, blancura, color global, brillo

Los paneles de ensayo se curaron durante una noche en una sala a temperatura y humedad constante acondicionada a 22°C y 50% de humedad relativa.

Después del curado, se evaluaron las siguientes propiedades apropiadas de los paneles.

- 10 La blancura, color global, poder colorante y tono del color son lecturas realizadas en un espectrofotómetro BYK Gardner, modelo Color Sphere, o en un medidor de color BYK Gardner View 45-0. Ambos instrumentos se calibraron para las mediciones usando la escala de color CIE L*a*b*, iluminante C, a 2 grados del observador.

Las mediciones del brillo se realizaron con un medidor de brillo-turbiedad BYK Gardner. Este instrumento puede medir el brillo a 20, 60 y 85 grados así como la turbiedad. Las pinturas de ensayo se comparan con la pintura de control sobre el mismo panel de ensayo. Se calculan y anotan las diferencias con respecto a este control.

- 15 Ensayo de TiO₂ seco/suspensión de TiO₂ en un esmalte interior de brillo alto (S11)

Con cada una de las muestras de TiO₂ se preparó una cantidad pequeña de esmalte interior de brillo alto. La preparación de estas suspensiones de TiO₂ se describe en otro lugar.

La formulación para la pintura de ensayo es la siguiente.

Preparación de pintura a partir de suspensión de TiO₂

- 20 Suspensión de TiO₂ cantidad suficiente para proporcionar 124,42 gramos de TiO₂ seco
 Agua cantidad suficiente para diluir la suspensión anterior de TiO₂ hasta un nivel constante de sólidos de 70,0%
 Pintura base 356,5 gramos

Preparación de la pintura a partir de TiO₂ seco

- 25 Se prepara en el laboratorio una suspensión de acuerdo con la siguiente formulación:

Formulación de la suspensión preparada en laboratorio

Material	Kilogramos	Litros
Agua	138,25	138,51
Tamol® 1124	4,48	3,75
AMP-95	1,12	1,36
TiO ₂	557,93	139,76
Triturar durante 15 minutos		
Agua de dilución	95,23	95,39
Total	797,01	378,54

La formulación de la pintura base es la siguiente:

Esmalte interior de brillo alto (S-11)

Sólo blanco

Material	Kilogramos	Litros
Agua	18,78	18,81

QP-4400	0,48	0,95
Propilenglicol	34,08	32,93
Hexilenglicol	17,99	19,53
Rhoplex AC-417	322,98	306,277
Total	397,31	378,54

Procedimiento de fabricación de la pintura

5 Esta pintura base se prepara previamente en cantidad suficiente para ensayar varias muestras de suspensión. La trituration del pigmento se realiza en equipo dispersor de alta velocidad equipado con una paleta del tipo de capuchón. Los materiales antes mencionados se añaden en el orden indicado con agitación suficiente para conseguir uniformidad sin batir aire en la carga. Esto se realiza con un mezclador eléctrico equipado con un agitador de álabes. Se preparan pinturas individuales de ensayo mezclando la suspensión y agua y añadiendo después esta mezcla en la pintura base usando un mezclador eléctrico, con un agitador de álabes, a velocidad moderada.

Preparación de los paneles de ensayo

10 Los paneles se prepararon con las pinturas de ensayo vertiéndolas cara a cara con una pintura de control. Se prepararon las siguientes cartas:

Tipo de carta	Aplicador	Propiedad a evaluar
Leneta Black & White	Bird de 51 nm	Relación de contraste, color, blancura, color global, brillo

Los paneles de ensayo se curaron durante una noche en una sala a temperatura y humedad constante acondicionada a 22°C y 50% de humedad relativa.

Medición de las propiedades funcionales

Después del curado, se evaluaron las siguientes propiedades apropiadas de los paneles:

15 La blancura, color global y opacidad son lecturas realizadas en un espectrofotómetro BYK Gardner, modelo Color Sphere, o en un medidor de color BYK Gardner View 45-0. Ambos instrumentos se calibraron para las mediciones usando la escala de colores CIE L*a*b*, iluminante C, a 2 grados. Las mediciones del brillo se realizaron con un medidor de brillo-turbiedad BYK Gardner. Este instrumento puede medir el brillo a 20, 60 y 85 grados así como la turbiedad. Las pinturas de ensayo se comparan con la pintura de control sobre el mismo panel de ensayo. Se calculan y anotan las diferencias con respecto a este control.

20

Ensayo de TiO₂ seco/suspensión de TiO₂ en una pintura acrílica decorativa exterior de brillo (D-603)

Con cada una de las muestras de TiO₂ se preparó una cantidad pequeña de pintura acrílica decorativa exterior de brillo.

La formulación para la pintura de ensayo es la siguiente.

25 Preparación de la pintura a partir de una suspensión de TiO₂

Suspensión de TiO₂ cantidad suficiente para proporcionar 87,50 gramos de TiO₂ seco

Agua cantidad suficiente para diluir la suspensión anterior de TiO₂ hasta un nivel constante de sólidos de 70,0%

Pintura base 362,2 gramos

30 Preparación de la pintura a partir de TiO₂ seco

Se prepara en el laboratorio una suspensión de acuerdo con la siguiente formulación:

Formulación de la suspensión preparada en laboratorio

Material	Kilogramos	Litros
Agua	138,25	138,51
Tamol [®] 1124	4,48	3,75
AMP-95	1,12	1,14
TiO ₂	557,93	139,76

Triturar durante 15 minutos		
Agua de dilución	95,23	95,39
Total	797,01	378,54

Pintura acrílica decorativa exterior de brillo (D-603)

Color blanco y claro

Material	Kilogramos	Litros
Agua	36,66	36,72
QP 4400	1,13	2,27
Propilenglicol	54,00	52,16
Colloids 650	1,62	1,82
Triton CA	1,08	1,10
Nuosept 635 W	0,54	0,45
Hidróxido amónico (25%)	1,08	1,21
Texanol	8,10	8,56
Agua	18,91	18,93
AC-2507	267,97	255,29
Total	391,09	378,54

La formulación para la pasta colorante es la siguiente:

Material	Kilogramos	Litros
Colortrend Lampblack 888-9907B	134,79	96,45
Pintura base D-603	366,99	282,09
Total	471,79	378,54

5 Procedimiento de fabricación de la pintura

Esta pintura base se prepara previamente en cantidad suficiente para ensayar varias muestras de suspensión. La suspensión de TiO_2 se produce en equipo dispersor de alta velocidad equipado con una paleta del tipo de capuchón. La porción líquida se añade sin agitar y la porción de TiO_2 seco se añade lentamente agitando. Cualquier reducción de agua añadida se incorpora a menores rpm y se añade agitando.

- 10 Los materiales mencionados de la pintura base se añaden en el orden indicado con agitación suficiente para conseguir uniformidad sin batir aire en la carga. Esto se realiza con un mezclador eléctrico equipado con un agitador de álabes. Se preparan las pinturas individuales de ensayo mezclando la suspensión y agua y añadiendo después esta mezcla en la pintura base usando un mezclador eléctrico, con un agitador de álabes, a velocidad moderada.

- 15 Se prepara también un colorante gris de cada pintura de ensayo mezclando 7 gramos de pasta colorante negra con 200 gramos de pintura blanca de ensayo. Estos componentes se colocan en un bote de 0,24 litros y después se mezclan en un acondicionador de pintura Red Devil durante 4 minutos.

Preparación de los paneles de ensayo

Los paneles se prepararon con las pinturas de ensayo vertiéndolas cara a cara con una pintura de control. Se prepararon las siguientes cartas:

Tipo de carta	Aplicador	Propiedad a evaluar
Leneta WB	Bird 51 nm	Poder colorante & Tono del color

- 20 Los paneles de ensayo se curaron durante una noche en una sala a temperatura y humedad constantes acondicionada a 22°C y 50% de humedad relativa.

Medición de las propiedades funcionales

Después del curado, se evaluaron las siguientes propiedades apropiadas de los paneles:

El poder colorante y el tono del color son lecturas realizadas en un espectrofotómetro Gardner BYK, modelo Color Sphere, o en un medidor de color Gardner BYK View 45-0. Ambos instrumentos se calibraron para las mediciones usando la escala de colores CIE L*a*b*, iluminante C, a 2 grados del observador.

- 5 Las mediciones del brillo se realizaron con un medidor de brillo-turbiedad Gardner BYK. Este instrumento puede medir el brillo a 20, 60 y 85 grados así como la turbiedad. Las pinturas de ensayo se comparan con la pintura de control en el mismo panel de ensayo. Se calculan y anotan las diferencias con respecto a este control.

Ensayo de una suspensión de TiO₂ en pintura de látex, de brillo alto, basada en látex HG-700

Con cada una de las muestras de suspensión de TiO₂ se preparó una cantidad pequeña de pintura de látex de brillo alto. La preparación de estas suspensiones de TiO₂ se describe en otro lugar.

- 10 La formulación para la pintura de ensayo es la siguiente:

Suspensión de TiO₂ cantidad suficiente para proporcionar 86,29 gramos de TiO₂ seco

Agua cantidad suficiente para diluir la suspensión anterior de TiO₂ hasta un contenido constante de sólidos de 70,0%

Pintura base 208,68 gramos

- 15 El contenido de sólidos de TiO₂ de cada suspensión es ligeramente diferente. Esto se compensa por la cantidad de agua usada. Esto asegura que en cada pintura de ensayo se usa una cantidad consistente de TiO₂.

Pintura preparada a partir de TiO₂ seco

Material	Kilogramos	Litros	
HG-700	277,30	261,49	
Propilenglicol	13,60	13,13	
BYK-022	0,90	0,90	
Texanol	9,60	21,46	
Triton X-405	1,04	0,94	
TiO ₂	137,04	58,86	
Premezcla			
Agua	0,90	0,91	
Benzoato sódico	0,45	0,23	
Katon LX 1,5%	0,45	0,45	
Agua	12,79	12,79	
Premezcla			
Agua	9,65	9,65	
Tamol 681	0,89	0,83	
Ajuste ICI 1.2-1.5			
Acrysol RM-2020 NPR	8,16	7,83	
Ajuste KU 90-95			
Acrysol RM-825	0,45	0,45	
Total	473,29	378,54	19,50% de PVC

Pintura preparada a partir de TiO₂ seco

Material Kilogramos Litros

ES 2 383 904 T3

HG-700	277,33	261,50	
Propilenglicol	13,61	13,14	
BYK-022	0,91	0,91	
Texanol	9,61	10,11	
Triton X-495	1,04	0,95	
TiO ₂	137,04	58,86	
Premezcla			
Agua	0,91	0,91	
Benzoato sódico	0,45	0,23	
Kathon LX 1,5%	0,45	0,45	
Agua	12,79	12,79	
Premezcla			
Agua	9,65	9,65	
Tamol 681	0,90	0,83	
Ajuste ICI 1.2-1,5			
Aceysol RM-2020 NPR	8,16	7,84	
Ajuste KU 90-95			
Acrysol RM-825	0,45	0,45	
Total	473,29	378,99	19,50% de PVC

Procedimiento de fabricación de la pintura

5 Esta pintura base se prepara previamente en cantidad suficiente para ensayar varias muestras de suspensión. Los materiales mencionados se añaden en el orden indicado con agitación suficiente para conseguir uniformidad sin batir aire en la carga. Esto se realiza con un mezclador eléctrico equipado con un agitador de álabes. Se preparan las pinturas individuales de ensayo mezclando la suspensión y agua y añadiendo después esta mezcla en la pintura base usando un mezclador eléctrico, con un agitador de álabes, a velocidad moderada. Se prepara también un colorante gris de cada pintura de ensayo mezclando 2 gramos de colorante negro universal (Colortrend Lampblack 888-9907B) con 200 gramos de pintura de ensayo blanca. Estos componentes se colocan en un frasco de 0,24 litros y se mezclan en un acondicionador de pintura Red Devil durante 5 minutos.

10 Preparación de los paneles de ensayo

Los paneles de ensayo se prepararon con las pinturas de ensayo vertiéndolas cara a cara con una pintura de control. Se prepararon las siguientes cartas:

Tipo de carta	Aplicador	Propiedad a evaluar
Leneta WB	Bird de 51 nm	Poder colorante & Tono del color
Leneta Black & White	Bird de 51 nm	Relación de contraste, color, blancura, color global, brillo

Los paneles de ensayo se curaron durante una noche en una sala a temperatura y humedad constantes acondicionada a 22°C y 50% de humedad relativa.

15 Medición de las propiedades funcionales

Después del curado, se evaluaron las siguientes propiedades apropiadas de los paneles:

La blancura, color global, poder colorante, tono del color y opacidad son lecturas realizadas en un espectrofotómetro Gardner BYK, modelo Color Sphere, o en un medidor de color Gardner BYK View 45-0. Ambos instrumentos se calibraron para las mediciones usando la escala de colores CIE L*a*b*, iluminante C, a 2 grados del observador.

20 Las mediciones del brillo se realizaron con un medidor de brillo-turbiedad Gardner BYK. Este instrumento puede medir el brillo a 20, 60 y 85 grados así como la turbiedad.

Las pinturas de ensayo se comparan con la pintura de control en el mismo panel de ensayo. Se calculan y anotan las diferencias con respecto a este control.

Resultados y discusión

Brillo y relación de contraste de la pintura S-11

Muestra	L*	a*	b*	L* Sobre negro	Relación de contraste	Brillo a 20°	Brillo a 60°
Tiona 596S sin modificar	95,9	-0,7	0,8	93,1	0,9705	15,3	60,7
Tiona 596S modificado	95,7	-0,6	0,7	92,7	0,9687	17,8	65,2
Tiona 595S sin modificar	95,8	-0,7	0,8	93,3	0,9736	30,0	77,6
Tiona 695S modificado	95,8	-0,7	0,7	93,0	0,9714	25,2	72,6

Poder colorante y tono del color de la pintura D-603

	L*	a*	b*	Poder colorante (%)	Tono del color
Tiona 596S sin modificar	79,2	-0,8	-3,2	STD	STD
Tiona 596S modificado	79,5	-0,8	-3,1	100,4	0,1
Tiona 595S sin modificar	78,9	-0,8	-3,2	STD	STD
Tiona 595S modificado	79,4	-0,8	-3,1	100,6	0,1

Poder colorante y tono del color de la pintura 60PVC

Muestra	152 µm					51 µm					Pigmento no disperso
	L*	a*	b*	Brillo a 60°	Brillo a 85°	L*	a*	b*	Poder colorante (%)	Δb*	
RCS-3 sin modificar	97,7	-0,7	2,5	2,9	18,2	80,8	-0,6	-1,6	STD	STD	0
RCS-3 modificado	97,8	-0,7	2,5	2,9	19,1	81,1	-0,6	-1,4	100,5	0,2	1

- 5 Los ensayos anteriores compararon las propiedades ópticas de la suspensión experimental frente a la usada actualmente. Se usaron varias formulaciones de pinturas diferentes.

Pintura decorativa interior de látex acrílico (S-11)

Se compararon la receta estándar de una suspensión de Tiona 596 (sin el nuevo agente dispersante) y la receta experimental de una suspensión de Tiona 596 que tenía el nuevo agente dispersante. Se evaluaron las propiedades de blancura, color de fondo, relación de contraste y brillo.

- 10 Suspensión de Tiona 596: Estos resultados indican que el comportamiento de la receta de la suspensión experimental es muy parecido a una estándar. La blancura es 99,8% y el color de fondo es 0,1 más azul que el de la receta estándar, valores que están dentro del error experimental del ensayo. La relación de contraste es 99,8% del de la receta estándar, que también está dentro de la variabilidad del ensayo. El incremento de tres unidades en el brillo a 20 grados y de cuatro unidades en el brillo a 60 grados es una diferencia notable y es el umbral de diferencia visual.

- 15 Suspensión de Tiona 595: La blancura es igual y el color de fondo es 0,1 más azul que el de la receta estándar. La relación de contraste es 99,8% de la receta estándar. Esto también se debe considerar igual y dentro de la variabilidad del ensayo. Una disminución de cinco unidades en el brillo a 20 grados y de cinco unidades en el brillo a 60 grados son significativamente menores que la de la receta estándar. Esto es una diferencia notable y es el umbral de diferencia visual.

Pintura acrílica decorativa exterior de brillo (D-603)

En las mismas muestras anteriores se ensayaron las propiedades ópticas, el poder colorante y el tono del color.

Suspensión de Tiona 596: Los resultados muestran que el poder colorante de la receta experimental es 100,4% de la receta estándar, una diferencia notable. El tono del color está dentro de 0,1 unidades en comparación con la receta estándar, que es un error experimental. Estos resultados muestran claramente una mejora del poder colorante con respecto a la receta actual de suspensión.

- 5 Suspensión de Tiona 595: Estos resultados muestran que el poder colorante de la receta experimental es 100,6% de la receta estándar, una diferencia notable. El tono del color está dentro de 0,1 unidades en comparación con la receta estándar, que es un error experimental. Estos resultados muestran claramente una mejora del poder colorante con respecto a la receta actual de suspensión.

Pintura de látex acrílico, de brillo muy alto, basado en resina HG-763

- 10 Como en las otras formulaciones, se comparó la receta de la suspensión experimental con una receta estándar. Los resultados muestran que el color (blancura y Masstone) de la receta experimental preparada con Tiona 596 es igual al control óptico de la receta estándar. El brillo de la receta experimental es 3 unidades mayor a 20 grados y 1 unidad mayor a 60 grados, valores que están casi en los límites de variabilidad del ensayo. La relación de contraste es igual a la receta estándar y el poder colorante y el tono del color están dentro de los límites de variabilidad del ensayo.

- 15 La receta de la suspensión experimental preparada con Tiona 595 tiene una blancura de 99,9% y es 0,1 más amarilla que la receta estándar, valores que están dentro del error experimental. El brillo es -5 unidades a 20 grados y -2 unidades a 60 grados. La lectura a 20 grados es significativamente menor que la de la receta estándar. La relación de contraste es igual a la de la receta estándar; sin embargo, el poder colorante y el tono del color son 99,7% y 0,2 más amarillo, respectivamente. El primer valor es ligeramente superior al error experimental.

20 Pintura interior plana de látex rico en PVC (60PVC)

Los resultados indican que la blancura, brillo a 60 y 85 grados y Masstone son casi iguales y están dentro del error experimental. Sin embargo, el tono del color es 0,2 unidades mayor y el poder colorante es 100,4% de la suspensión experimental, valores que son una mejora notable con respecto a una pintura estándar.

- 25 Se pretende que diversas realizaciones abarquen otras modificaciones y variaciones dentro del alcance de la presente descripción.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un pigmento que comprende una partícula base y un agente dispersante, comprendiendo el agente dispersante una sal y/o éster de: (i) una amina, alcohol y/o alcanolamina y (ii) un ácido poliprótico, en el que el agente dispersante se prepara combinando la amina, alcohol y/o alcanolamina con el ácido poliprótico en una relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico mayor que 3:1.
2. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el ácido poliprótico no contiene sustancialmente ningún ácido carboxílico.
- 10 3. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la amina, alcohol y/o alcanolamina comprende por lo menos un aminoalcohol, diol, triol, aminopoliol, polioliol, amina primaria, amina secundaria, amina terciaria o combinaciones de estos compuestos.
- 15 4. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la amina, alcohol y/o alcanolamina comprende trietanolamina, 2-amino-2-metil-1-propanol, 1-amino-1-butanol, 1-amino-2-propanol, 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-etil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-hidroximetil-1,3-propanodiol, metanol, alcohol isopropílico, butanol, metoxipropanol, trimetiloletano, trimetilolpropano, pentaeritritol, etilenglicol, propilenglicol o combinaciones de estos compuestos.
5. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la partícula base comprende los óxidos de silicio, titanio, circonio, cinc, magnesio, aluminio, hierro o combinaciones de estos óxidos, carbonato cálcico, caolín, talco, arcilla, mica o combinaciones de estos compuestos.
- 20 6. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que agente dispersante comprende de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 5 por ciento en peso, basado en el peso de partícula base.
7. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la partícula base tiene un tamaño dentro del intervalo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1 μm .
8. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la partícula base comprende, como dióxido de titanio, anatasa o rutilo o combinaciones de estos compuestos.
- 25 9. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la partícula base se trata con sílice, circonia, alúmina o combinaciones de estos compuestos.
10. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico es de 4:1 a aproximadamente 20:1.
11. Un recubrimiento que comprende el pigmento de acuerdo con la reivindicación 1.
- 30 12. Una pintura, papel o plástico que comprende el pigmento de acuerdo con la reivindicación 1.
13. Una suspensión de un pigmento que comprende dióxido de titanio y un agente dispersante, comprendiendo el agente dispersante una sal y/o éster de: (i) una amina, alcohol y/o alcanolamina y (ii) un ácido poliprótico, en el que el agente dispersante se prepara combinando la amina, alcohol y/o alcanolamina con el ácido poliprótico en una relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico mayor que 3:1.
- 35 14. Una suspensión de un pigmento de acuerdo con la reivindicación 13, en la que el ácido poliprótico no contiene ningún ácido carboxílico.
15. Una suspensión de un pigmento de acuerdo con la reivindicación 14, en la que la amina, alcohol y/o alcanolamina comprende por lo menos un aminoalcohol, diol, triol, aminopoliol, polioliol, amina primaria, amina secundaria, amina terciaria o combinaciones de estos compuestos.
- 40 16. Una suspensión de un pigmento de acuerdo con la reivindicación 15, en la que la amina, alcohol y/o alcanolamina comprende trietanolamina, 2-amino-2-metil-1-propanol, 1-amino-1-butanol, 1-amino-2-propanol, 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-etil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-hidroximetil-1,3-propanodiol, metanol, alcohol isopropílico, butanol, metoxipropanol, trimetiloletano, trimetilolpropano, pentaeritritol, etilenglicol, propilenglicol o combinaciones de estos compuestos.
- 45 17. Una suspensión de un pigmento de acuerdo con la reivindicación 13, en la que el agente dispersante comprende de aproximadamente de 0,01 a aproximadamente 5 por ciento en peso, basado en el peso de dióxido de titanio.
18. Una suspensión de un pigmento de acuerdo con la reivindicación 13, en la que el dióxido de titanio tiene un tamaño de partículas dentro del intervalo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1 μm .
- 50 19. Una suspensión de un pigmento de acuerdo con la reivindicación 13, en la que el dióxido de titanio se trata con sílice, circonia, alúmina o combinaciones de estos compuestos.

20. Una suspensión de un pigmento de acuerdo con la reivindicación 13, en el que la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico es de 4:1 a aproximadamente 20:1.
- 5 21. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio, que comprende añadir un ácido poliprótico a una amina, alcohol y/o alcanolamina para formar un agente dispersante y añadir dióxido de titanio al agente dispersante para formar el pigmento de dióxido de titanio, en el que la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico mayor que 3:1.
22. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 21, en el que el ácido poliprótico no contiene sustancialmente ningún ácido carboxílico.
- 10 23. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 21, en el que el agente dispersante se añade al dióxido de titanio después de su oxidación, calcinación o trituración, o antes o después de por lo menos tratar en húmedo, filtrar, secar o micronizar el dióxido de titanio.
24. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 21, en el que la amina, alcohol y/o alcanolamina comprende por lo menos un aminoalcohol, diol, triol, aminopoliol, polioliol, amina primaria, amina secundaria, amina terciaria o combinaciones de estos compuestos.
- 15 25. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 24, en el que la amina, alcohol y/o alcanolamina comprende trietanolamina, 2-amino-2-metil-1-propanol, 1-amino-1-butanol, 1-amino-2-propanol, 2-amino-2-metil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-etil-1,3-propanodiol, 2-amino-2-hidroximetil-1,3-propanodiol, metanol, alcohol isopropílico, butanol, metoxipropanol, trimetiletano, trimetilolpropano, pentaeritritol, etilenglicol, propilenglicol o combinaciones de estos compuestos.
- 20 26. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 21, en el que agente dispersante comprende de aproximadamente de 0,01 a aproximadamente 5 por ciento en peso, basado en el peso de dióxido de titanio.
27. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 21, en el que el dióxido de titanio tiene un tamaño de partículas dentro del intervalo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 1 μm .
- 25 28. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 21, en el que el dióxido de titanio se trata con sílice, circonia, alúmina o combinaciones de estos compuestos.
29. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 21, en el que la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico es de 4:1 a aproximadamente 20:1.
- 30 30. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio, que comprende: (a) preparar una suspensión acuosa de dióxido de titanio y (b) añadir a la suspensión en cualquier orden: (i) un ácido poliprótico que no contiene sustancialmente ningún ácido carboxílico y (ii) una amina, alcohol y/o alcanolamina, en el que la relación molar de amina, alcohol y/o alcanolamina a ácido poliprótico es mayor que 3:1.
- 35 31. Un método de preparar un pigmento de dióxido de titanio de acuerdo con la reivindicación 30, en el que el ácido poliprótico se añade a la suspensión antes del tratamiento en húmedo y la amina, alcohol y/o alcanolamina se añaden durante la micronización del pigmento.
32. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además un disolvente.
33. Un pigmento de acuerdo con la reivindicación 32, en el que el disolvente comprende agua

Comparación de la demanda de dispersante Tiona 596
usando Tamol 1124 y el nuevo dispersante a 76,5% de sólidos de TiO_2

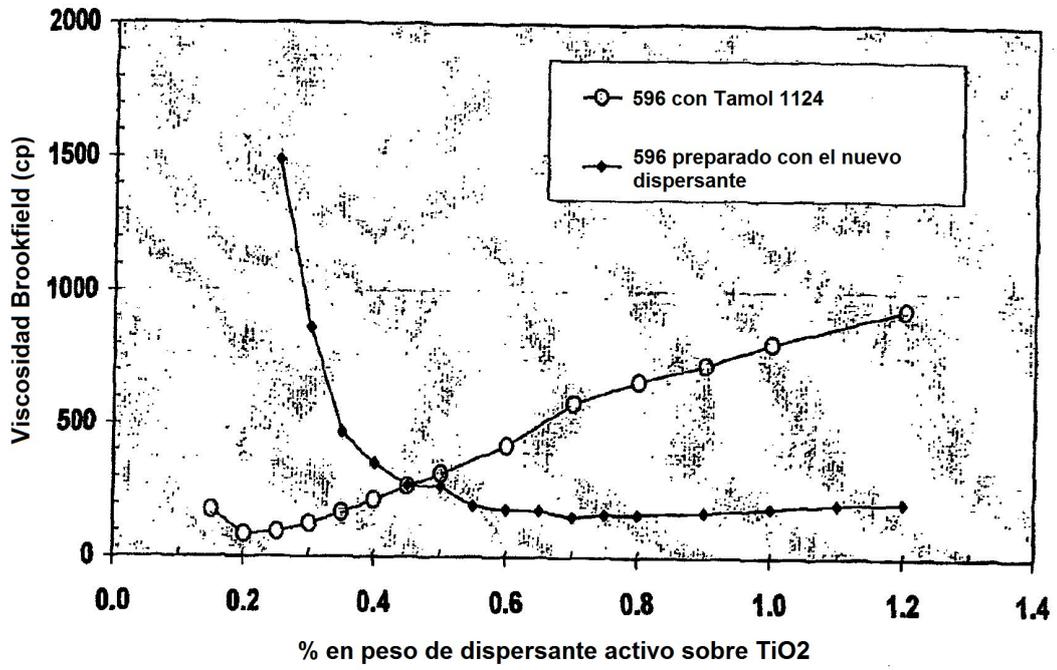


FIGURA 1

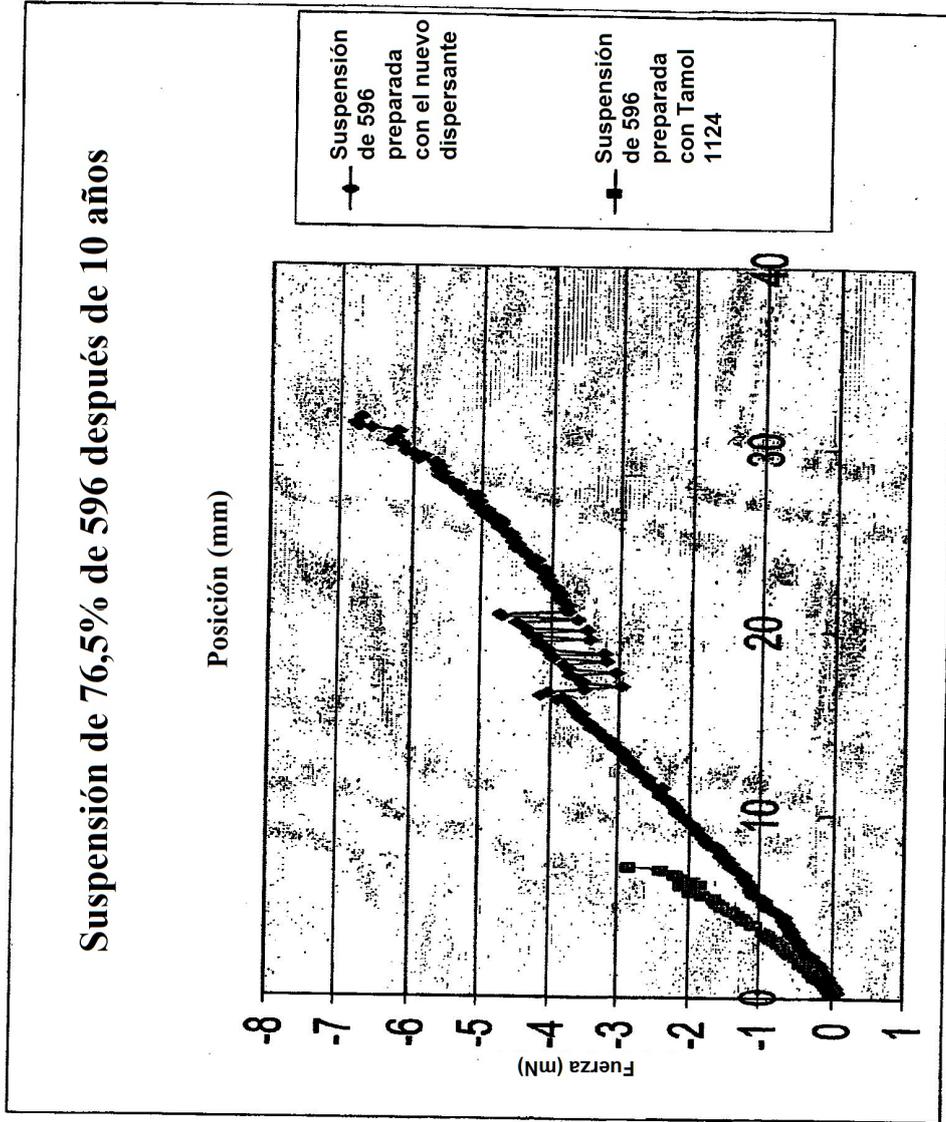


FIGURA 2