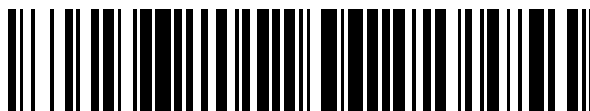


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 523 935**

51 Int. Cl.:

C09C 1/22 (2006.01)

C09C 1/24 (2006.01)

C09C 1/34 (2006.01)

C09C 1/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.12.2011 E 11802456 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.09.2014 EP 2658929**

54 Título: **Agentes que contienen aceite y cera en forma de trozos para la coloración de asfalto y bitumen**

30 Prioridad:

30.12.2010 EP 10197401

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

02.12.2014

73 Titular/es:

**LANXESS DEUTSCHLAND GMBH (100.0%)
Kennedyplatz 1
50569 Köln, DE**

72 Inventor/es:

**CHLOPEK, KRZYSZTOF;
KISCHKEWITZ, JÜRGEN;
KOHNER, LUTZ y
INDEN, HOLGER**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 523 935 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

Agentes que contienen aceite y cera en forma de trozos para la coloración de asfalto y bitumen

5 La presente invención se refiere a agentes que contienen al menos un pigmento inorgánico, uno o varios aceites y una o varias ceras, así como a procedimientos para su preparación y su uso para la coloración de materiales de construcción, preferentemente asfalto, bitumen, mezclas bituminosas, alquitrán y composiciones que contienen alquitrán, así como a un procedimiento para la coloración de materiales de construcción y los materiales de construcción coloreados con los agentes.

10

Campo de aplicación

15 El procesamiento de pigmentos requiere, para conseguir la impresión óptima de color, una molienda de los pigmentos hasta dar partículas primarias. Los polvos que se producen por ello forman mucho polvo y tienden, debido a su propiedad de partículas finas, a la adhesión y adherencia a envases, piezas de máquinas e instalaciones de dosificación. Por tanto, en caso de sustancias toxicológicamente peligrosas, durante el procesamiento se tienen que adoptar medidas para evitar una puesta en riesgo del ser humano y del medio ambiente por los polvos finos que se producen. Pero también en caso de sustancias inertes inocuas tales como, por ejemplo, pigmentos de óxido de hierro, cada vez se desea más por el mercado que se evite una molestia por polvos finos.

20

La evitación de polvos finos y la dosificación mejorada a causa de buenas propiedades de flujo para conseguir una impresión de color cualitativamente uniforme en la aplicación en materiales de construcción y medios orgánicos, por tanto, es el fin al tratar con pigmentos. Este fin se consigue más o menos mediante aplicación de procedimientos de granulación a pigmentos.

25

Básicamente, de los granulados de pigmentos, independientemente de qué procedimiento de producción procedan, se requieren por parte del mercado dos propiedades opuestas: estabilidad mecánica (estabilidad a desgaste) del granulado y buenas propiedades de dispersión en el medio empleado. La estabilidad mecánica es responsable de buenas propiedades de transporte tanto durante el transporte entre el fabricante y el usuario como de buena dosificación y propiedades de flujo durante el empleo de los pigmentos. Es causada por elevadas fuerzas de adherencia y depende, por ejemplo, de la cantidad y el tipo de aglutinante. Por otro lado, la capacidad de dispersión se ve influida por una buena molienda antes de la granulación (molienda en húmedo y seco), por la energía mecánica durante la introducción en el respectivo medio de aplicación (fuerzas de cizalla) y por coadyuvantes de dispersión que reducen de inmediato las fuerzas de adherencia en el granulado durante la introducción en un medio. Para conseguir la impresión óptima de color se requiere una división de los granulados de pigmento hasta dar partículas primarias. En caso de pigmentos inorgánicos está limitada la aplicación de mayores cantidades de coadyuvante de dispersión a causa de la relación de costes coadyuvante/pigmento.

35

Para la coloración de materiales de construcción, tales como, por ejemplo, asfalto, los pigmentos se emplean en parte todavía en el estado en forma de polvo. En forma molida tienen la ventaja de una buena capacidad de dispersión. La distribución completa y homogénea de tales pigmentos inorgánicos en forma de polvo se realiza en la mezcladora de asfalto en un tiempo breve, por norma en general en el intervalo de un minuto. La desventaja de estos polvos finos radica en que no presentan un buen comportamiento de flujo y durante el almacenamiento inadecuado con frecuencia pueden formar bolas y grumos. Se adhieren a envases y piezas de máquinas, por lo que se dificulta la dosificación precisa durante el procesamiento. Otra desventaja de los polvos radica en que tienden a la formación de polvos finos.

45

Estado de la técnica

50 La evitación de polvos finos y la dosificación mejorada durante la aplicación de pigmentos para la coloración de medios orgánicos, en particular de asfalto, es un fin prioritario, debido a que las instalaciones de mezcla de asfalto muy frecuentemente están localizadas en áreas residenciales.

De acuerdo con la enseñanza del documento US 3.778.288 se pueden preparar granulados como "mezclas madre" con adición de ceras en un procedimiento de granulación de estructuración a través de una mezcladora calentable. A este respecto, en función de las condiciones de reacción se obtienen diferentes tamaños de grano. El campo de aplicación de estos granulados se encuentra en la coloración de plásticos tales como plásticos, ceras o resinas. Los tamaños de grano óptimos de los granulados se encuentran para tales aplicaciones entre 0,2 y 2 mm (malla de 70 10). A este respecto, las ceras empleadas como aglutinante se usan preferentemente en concentraciones del 26 % al 65 % en peso en relación con la cantidad de pigmento empleada. Esta elevada parte de aglutinante es desventajosa para la aplicación de la coloración de materiales de construcción, ya que el aglutinante puede ejercer un efecto negativo sobre las propiedades de los materiales de construcción. Además son necesarias cantidades claramente mayores de "mezcla madre" en comparación con el pigmento inorgánico para conseguir el mismo efecto de coloración, convirtiéndose por tanto la aplicación en no rentable.

65

En el documento EP 0 567 882 A1 se ha descrito un procedimiento para la coloración de asfalto y/o bitumen con

granulados de pigmento inorgánicos en el que se pueden producir los granulados con adición de aceites y/o ceras. Ciertamente, con la cantidad indicada de aditivos (del 0,01 al 10 % en peso en relación con el pigmento) se puede mejorar la capacidad de dispersión de los granulados en el bitumen, no obstante, por este procedimiento no se pueden producir granulados con una estabilidad mecánica suficiente.

El documento EP 1 598 395 A1 describe una composición a base de copolímeros de etilo-acetato de vinilo para asfalto. En este caso se trata de granulados de extrusión. El experto sabe que la extrusión de plástico con óxido de hierro, a causa de las propiedades de abrasión del pigmento, conduce a un gran deterioro de los aparatos que se emplean en el procesamiento de asfalto.

En los documentos US 6.706.110 B2 y US 6.780.234 B2 se han desvelado granulados de pigmento para la coloración de medios no polares, tales como asfalto y bitumen, con adición de ceras y dispersante para medios polares. En el caso del procedimiento se trata de un procedimiento de granulación por pulverización de sistemas acuosos. La granulación por pulverización requiere, debido a la formación de gotas, el uso de suspensiones bastante fluidas, es decir, muy fluidas. Ya que para el proceso de secado se tiene que evaporar una mayor cantidad de agua, sin embargo, el procedimiento es costoso en cuanto a energía y se ha de aplicar ventajosamente, por tanto, sobre todo cuando los pigmentos a granular a causa del proceso de producción de pigmento están presentes en la fase húmeda, por ejemplo, en una suspensión acuosa o pasta. En el caso de pigmentos que se han preparado a través de un proceso de producción seco, por ejemplo, un proceso de calcinación, la granulación por pulverización significa una etapa adicional del procedimiento, ya que el pigmento producido ya en el estado seco se tiene que volver a suspender en agua y secarse. Adicionalmente, los granulados de pulverización presentan un tamaño de grano entre 20 y 500 μm , lo que causa durante la dosificación una generación significativa de polvo fino. En el procesamiento de asfalto, desde el punto de vista de la protección laboral, todavía se consideran polvos finos partículas con un tamaño de grano menor de 1 mm.

Las composiciones de pigmento facilitadas de acuerdo con el estado de la técnica, por tanto, no son adecuadas para un uso rentable y razonable desde puntos de vista de la técnica laboral para colorear materiales de construcción que se procesan a temperaturas mayores que la temperatura ambiente, tales como asfalto, bitumen, mezclas bituminosas, alquitrán y composiciones que contienen alquitrán.

Por tanto, la presente invención se basaba en el objetivo de facilitar agentes que contuviesen pigmentos inorgánicos fáciles de dosificar, pobres en polvos finos, que se pudiesen producir de forma rentable y que fuesen adecuados para la coloración de materiales de construcción que se procesan a temperaturas mayores que la temperatura ambiente.

Sorprendentemente, la solución del objetivo planteado se consigue facilitando agentes que contienen al menos un pigmento inorgánico, uno o varios aceites y una o varias ceras.

Por tanto, el objeto de la invención es un agente que contiene al menos un pigmento inorgánico, uno o varios aceites y una o varias ceras, en el que al menos el 50 % en peso, preferentemente al menos el 70 % en peso, de forma particularmente preferente al menos el 80 % en peso del agente presenta un tamaño de grano de 1 mm o mayor, preferentemente de 1 a 10 mm, de forma particularmente preferente de 1 a 6 mm, caracterizado por que el agente presenta un valor de desgaste del 10 % en peso o menos, preferentemente del 5 % en peso o menos y de forma particularmente preferente del 2 % en peso o menos. Por valor de desgaste se entiende en el sentido de la invención la parte en peso porcentual de grano inferior que se ha medido en el ensayo de desgaste descrito bajo "ejemplos y métodos" después de un arremolinamiento del agente a lo largo de un periodo de tiempo de 5 minutos.

El agente de acuerdo con la invención cumple los requisitos en relación con la capacidad de dispersión en los medios de aplicación y en relación con el tono de color conseguido en comparación con el pigmento inorgánico no granulado en los medios de aplicación coloreados.

El agente de acuerdo con la invención está presente en forma de trozos. Por "agente" en lo sucesivo se han de entender aglomerados de partículas primarias que se diferencian en cuanto a la máxima expansión espacial de la de las partículas primarias. Por "agente" se entiende también granulados. Por "granulado" o "en forma de granulado" se entiende en el contexto de la invención cualquier material cuyo tamaño de grano medio se ha ampliado en comparación con los materiales de partida por una etapa de tratamiento. Por tanto, "granulado" o "en forma de granulado" comprende no solamente granulados de pulverización, granulados de compactación (granulados de prensado o briqueteado) o granulados de estructuración, sino también, por ejemplo, productos de un tratamiento en húmedo o mojado con trituración posterior y productos de etapas de procesamiento secas o esencialmente secas, por ejemplo, granulados preparados en seco, briquetas y similares. Preferentemente, los agentes de acuerdo con la invención son granulados de estructuración, de forma particularmente preferente aquellos que se han producido a través de una mezcladora calentable.

Los agentes de acuerdo con la invención se encuentran preferentemente en forma de aglomerados esféricos, pudiendo presentar los mismos una forma de bola o una forma elipsoidal así como sus formas intermedias.

Se señala que el alcance de la invención comprende también combinaciones discrecionales de los intervalos e intervalos preferentes mencionados para cada característica incluyendo combinaciones de intervalos preferentes.

En los agentes de acuerdo con la invención, los pigmentos inorgánicos están seleccionados preferentemente del grupo de óxidos de hierro, oxihidróxidos de hierro, óxidos de cromo, dióxidos de titanio y/o pigmentos de fase mixta a base de óxidos de metal. A los óxidos de hierro pertenecen, por ejemplo, hematita (óxido de hierro rojo) o magnetita (óxido de hierro negro). A los oxihidróxidos de hierro pertenece, por ejemplo, goethita (óxido de hierro amarillo). Los pigmentos de fase mixta a base de óxidos de metal son, por ejemplo, ferritas de cinc (pigmento de fase mixta de óxido de cinc y óxido de hierro) o ferritas de manganeso (pigmento de fase mixta de óxido de manganeso y óxido de hierro). El agente de acuerdo con la invención puede contener uno o varios pigmentos inorgánicos. Preferentemente, el agente de acuerdo con la invención contiene un pigmento inorgánico.

Los agentes de acuerdo con la invención contienen uno o varios aceites. Por aceites se entienden en el contexto de acuerdo con la invención sustancias no polares o ligeramente polares, no muy volátiles, líquidas a temperatura ambiente. Se prefieren aceites con una viscosidad cinemática de 1,6 a 1.500 mm²/s a 40 °C (medida según DIN 51562). En los agentes de acuerdo con la invención se prefieren además los aceites del grupo de aceites sintéticos que consisten esencialmente de los elementos carbono e hidrógeno y/o nitrógeno y/o oxígeno y/o azufre y/o halógenos (preferentemente flúor, cloro, bromo y/o yodo) y/o boro, aceites minerales, aceites animales y/o vegetales. En los agentes de acuerdo con la invención están contenidos de forma particularmente preferente aceites sintéticos a base de hidrocarburos o aceites minerales (obtenidos de petróleos o carbones).

En los agentes de acuerdo con la invención, la cantidad total de aceite o aceites preferentemente es del 0,1 al 5,0 % en peso, de forma particularmente preferente del 0,4 % al 3,0 % en peso, de forma muy particularmente preferente del 0,5 al 2,45 % en peso en relación con la cantidad total del agente. El agente de acuerdo con la invención puede contener uno o varios aceites. Preferentemente, el agente de acuerdo con la invención contiene un aceite.

En los agentes de acuerdo con la invención, la cantidad total de cera o ceras preferentemente es de más del 10 al 25 % en peso, de forma particularmente preferente del 13 al 20 % en peso en relación con la cantidad total del agente. El agente de acuerdo con la invención puede contener una o varias ceras. Preferentemente, el agente de acuerdo con la invención contiene una cera.

Por cera se entiende una sustancia que es de gruesa a cristalina fina, funde por encima de 40 °C sin descomposición y ya poco por encima del punto de fusión es relativamente poco viscosa y no filante. Preferentemente, el agente de acuerdo con la invención contiene una o varias ceras naturales y/o químicamente modificadas y/o sintéticas de mayor punto de fusión. Se prefieren las ceras del grupo de ceras de Fischer-Tropsch, ceras minerales, ceras de montana, ceras vegetales y/o ceras animales. Las ceras de Fischer-Tropsch son hidrocarburos alifáticos sintéticos, es decir, ceras de parafina sintéticas con alta masa molecular y una longitud de cadena de 20 a 120 átomos de carbono. Al grupo de las ceras de Fischer-Tropsch pertenecen también ceras de Fischer-Tropsch oxidadas. Por norma general, las ceras de Fischer-Tropsch presentan un punto de solidificación mayor de 70 °C. Son relativamente duras, lo que se puede medir a través de la penetración de aguja a 25 °C en la unidad "mm". Para la medición de la penetración de aguja a diferentes temperaturas tales como, por ejemplo, 25 °C o 65 °C, existen, por ejemplo, los métodos según ASTM D 1321 o DIN 51579. Para estas ceras, los valores típicos de la penetración de aguja se encuentran a 25 °C en el intervalo de 0,1 mm a 1 mm. Las ceras de Fischer-Tropsch se preparan a través del denominado procedimiento de Fischer-Tropsch a partir de gas de síntesis (hidrógeno, monóxido de carbono) por gasificación de carbón o a partir de gas natural en presencia de catalizadores. Las ceras minerales son mezclas de hidrocarburos normales, de cadena ramificada y en forma de anillo saturados que se obtienen mediante refinado de ceras de origen fósil tales como, por ejemplo, ceresina. Al grupo de las ceras minerales pertenecen también las ceras duras microcristalinas. Las ceras Montana son ceras naturales que se pueden extraer de variedades de lignito. Estas se han producido a partir de resinas, ceras y grasas de plantas terciarias. Las ceras vegetales son, por ejemplo, cera de caña azúcar o cera de carnauba. A las ceras animales pertenecen cetina, cera de lana y cera de abeja. Las ceras pueden estar presentes a este respecto en su forma original, es decir, no químicamente modificada, o en sus formas químicamente modificadas.

Preferentemente, los agentes de acuerdo con la invención contienen ceras de Fischer-Tropsch y/o ceras minerales. Del grupo de las ceras minerales se prefieren en particular las ceras duras microcristalinas.

En particular, las ceras presentan un punto de solidificación entre 50 y 140 °C, preferentemente entre 70 y 120 °C, de forma particularmente preferente entre 80 y 110 °C. Preferentemente, los agentes de acuerdo con la invención contienen ceras con una viscosidad dinámica a 120 °C por debajo de 800 mPas, de forma particularmente preferente por debajo de 300 mPas, de forma muy particularmente preferente de 1 a 100 mPas.

La propiedad física del punto de solidificación, que tiene una mayor importancia técnica para el procesamiento de ceras que el punto de fusión, se mide en ceras con frecuencia en lugar del punto de fusión. El punto de solidificación se puede medir según ISO 2207 o también según ASTM D 938.

Los agentes de acuerdo con la invención pueden contener adicionalmente otros coadyuvantes que, sin embargo, no

deben empeorar las propiedades del agente tales como comportamiento de polvo fino, capacidad de dosificación y capacidad de dispersión, o el agente de acuerdo con la invención no contiene precisamente estos otros coadyuvantes.

- 5 El agente de acuerdo con la invención contiene de forma particularmente preferente la combinación de óxido de hierro u óxido de cromo, un aceite mineral y una cera dura microcristalina.

La invención se refiere también a procedimientos para la preparación de los agentes de acuerdo con la invención, caracterizados por que

- 10 a) se mezcla al menos un pigmento inorgánico con uno o varios aceites y
- b) se mezcla la mezcla de la etapa a) con una o varias ceras,
- 15 c) la mezcla de la etapa b) se continúa mezclando a una temperatura por encima del punto de solidificación de la cera o de las ceras (variante A)
- o
- 20 a') se mezcla al menos un pigmento inorgánico con una o varias ceras y
- b') se mezcla la mezcla de la etapa a') con uno o varios aceites,
- c) la mezcla de la etapa b') se continúa mezclando a una temperatura por encima del punto de solidificación de la cera o de las ceras (variante B)

- 25 o
- al menos un pigmento inorgánico se mezcla simultáneamente con uno o varios aceites y con una o varias ceras y, a continuación, la mezcla se continúa mezclando a una temperatura por encima del punto de solidificación de la cera o de las ceras (variante C).

- 30 La formación del agente se puede denominar en este contexto también estructuración de granulado. En formas de realización preferentes de las variantes A, B y C del procedimiento de acuerdo con la invención se emplean como aceites y ceras los productos específicos que se han desvelado bajo estos términos genéricos en la descripción del propio agente de acuerdo con la invención.

- 35 Los procedimientos de preparación de las variantes A, B y C comprenden preferentemente las etapas de que el agente producido se refrigera a temperatura ambiente y a continuación se criba hasta dar un intervalo de tamaño de grano, de tal manera que al menos el 50 % en peso, preferentemente al menos el 70 % en peso, de forma particularmente preferente al menos el 80 % en peso del agente presenta un tamaño de grano de 1 mm o mayor, preferentemente de 1 a 10 mm, de forma particularmente preferente de 1 a 6 mm o no comprende precisamente estas etapas. A este respecto, la refrigeración del agente a temperatura ambiente se puede llevar a cabo en un transportador vibratorio o un refrigerador de lecho fluidizado o de otro modo con medios líquidos o gaseosos o precisamente no. Al realizar el procedimiento de preparación de las variantes A, B y C también es posible que el grano superior y/o inferior obtenido después del cribado, es decir, el agente por encima y/o por debajo del tamaño de grano deseado, se devuelva al procedimiento de preparación del agente o que no se devuelva. Durante el procedimiento de preparación se forman entonces a partir del grano superior y/o inferior devuelto, junto con los otros componentes que se emplean en el procedimiento, los agentes de acuerdo con la invención.

- 50 En el procedimiento de acuerdo con la invención, en las formas de realización en las que se realiza la adición del aceite o de los aceites y de la cera o de las ceras al pigmento inorgánico sucesivamente (variantes A y B) se llevan a cabo las etapas a) o a') preferentemente por debajo de los puntos de solidificación de la cera o de las ceras. La adición del aceite o de los aceites en la variante A o de la cera o de las ceras en la variante B al pigmento inorgánico se puede llevar a cabo antes del comienzo o durante el proceso de mezcla. En la variante A tiene lugar durante el proceso de mezcla una distribución uniforme del aceite sobre el pigmento inorgánico. A este respecto, el polvo permanece fluido. A continuación se calienta la mezcla preferentemente antes de las etapas b) o b') a de 60 a 150 °C, de forma particularmente preferente a de 90 a 140 °C. Entonces, en la variante A la cera o las ceras en forma de polvo, copos, trozos o de forma fundida se añaden al pigmento inorgánico tratado con el aceite o en la variante B, el aceite o los aceites al pigmento inorgánico mezclado con la cera. Después, la mezcla se eleva a una temperatura por encima de los puntos de solidificación de la cera o de las ceras. Preferentemente se llevan a cabo las etapas c) o c') a de 110 °C a 230 °C. El aumento de temperatura se genera por las fuerzas de cizalla durante el proceso de mezcla y/o por un aporte externo de calor. A este respecto se funde la cera y se distribuye sobre el pigmento inorgánico tratado con aceite, realizándose la formación del agente.

- 65 En el procedimiento de acuerdo con la invención, en la forma de realización en la que se realiza simultáneamente la adición del aceite o de los aceites, de la cera o de las ceras al pigmento inorgánico (variante C), la mezcla del pigmento inorgánico con el o los aceites y la o las ceras se lleva a cabo a temperaturas por debajo o por encima de

los puntos de solidificación de las ceras. Preferentemente se realiza la mezcla del pigmento inorgánico con el o los aceites, la cera o las ceras a temperaturas por debajo de los puntos de solidificación de las ceras. A continuación, la temperatura de la mezcla se eleva a una temperatura por encima de los puntos de solidificación de la cera o de las ceras, preferentemente de 110 °C a 230 °C y se continúa el proceso de mezcla. El aumento de temperatura se genera por las fuerzas de cizalla durante el proceso de mezcla y/o por un aporte externo de calor. A este respecto se funde la cera y se distribuye con el aceite sobre el pigmento inorgánico, realizándose la formación del agente.

Para la mezcla se pueden emplear distintos conjuntos de mezcla calentables con un efecto suficiente de mezcla y fuerzas de cizalla. Preferentemente se emplea como mezcladora una mezcladora calentable de Henschel.

El tamaño de grano de los agentes de acuerdo con la invención aumenta constantemente en los procedimientos de preparación de las variantes A, B y C durante el proceso de mezcla. Por tanto, el proceso de mezcla se interrumpe en un momento adecuado. Si el proceso de mezcla se lleva a cabo demasiado poco tiempo, se obtienen agentes con un tamaño de partícula demasiado pequeño. Con un tiempo de mezcla demasiado largo, los agentes se hacen demasiado gruesos, lo que puede influir negativamente en la capacidad de dispersión en asfalto. Esto conduce a una coloración irregular del asfalto. Por tanto, el proceso de mezcla se interrumpe cuando se ha conseguido la máxima parte porcentual del agente con un tamaño de grano de 1 mm o superior, preferentemente de 1 a 10 mm, de forma particularmente preferente de 1 a 6 mm en relación con la cantidad total del agente.

Después de la interrupción del proceso de mezcla en las variantes A, B y C del procedimiento de preparación de acuerdo con la invención, el agente de acuerdo con la invención se refrigera a temperatura ambiente y a continuación se criba hasta un intervalo de tamaño de grano, de tal manera que al menos el 50 % en peso del agente presenta un tamaño de grano de 1 mm o superior, preferentemente al menos el 70 % en peso del agente, un tamaño de grano de 1 mm o superior, de forma particularmente preferente al menos el 80 % en peso del agente, un tamaño de grano de 1 mm o superior,

o
al menos el 50% en peso del agente, un tamaño de grano de 1 a 10 mm, preferentemente al menos el 70 % en peso del agente, un tamaño de grano de 1 a 10 mm, de forma particularmente preferente al menos el 80 % en peso del agente, un tamaño de grano de 1 a 10 mm,

o
al menos el 50 % en peso del agente, un tamaño de grano de 1 a 6 mm, preferentemente al menos el 70 % en peso del agente, un tamaño de grano de 1 a 6 mm, de forma particularmente preferente al menos el 80 % en peso del agente, un tamaño de grano de 1 a 6 mm.

El agente de acuerdo con la invención se caracteriza por una buena fluidez, por una reducida parte de polvo fino, una buena estabilidad a desgaste así como por una elevada capacidad de dispersión en materiales de construcción que contienen bitumen o asfalto así como por un tono de color similarmente elevado y comparable en el medio de aplicación en comparación con el pigmento inorgánico no granulado.

La invención se refiere también al uso del agente de acuerdo con la invención para la coloración de materiales de construcción, preferentemente asfalto, bitumen, mezclas bituminosas, alquitrán y composiciones que contienen alquitrán. Para esto, el agente de acuerdo con la invención se añade al material de construcción a una temperatura por encima de su punto de solidificación mediante mezcla. El proceso de mezcla se prolonga hasta que se haya alcanzado la coloración uniforme del material de construcción.

La invención se refiere también a un procedimiento para la coloración de materiales de construcción, preferentemente asfalto, bitumen, mezclas bituminosas, alquitrán y composiciones que contienen alquitrán, que comprende la mezcla del agente de acuerdo con la invención con el material de construcción por encima de su punto de reblandecimiento. A este respecto se mezcla el material de construcción con el agente hasta que se haya conseguido la coloración uniforme del material de construcción.

La invención se refiere asimismo a materiales de construcción, preferentemente asfalto, bitumen, mezclas bituminosas, alquitrán y composiciones que contienen alquitrán que están coloreados con el agente de acuerdo con la invención.

El objeto de la presente invención resulta no solamente a partir del objeto de las reivindicaciones individuales, sino también por la combinación de las reivindicaciones individuales entre sí. Lo mismo se aplica para todos los parámetros desvelados en la descripción y sus combinaciones discrecionales.

Ejemplos y métodos

I. Descripción de los métodos usados de medición y comprobación

Los resultados de las mediciones de los Ejemplos 1 y 2 están resumidos en la Tabla 1.

I.1 Capacidad de dispersión en asfalto

La determinación de la capacidad de dispersión en asfalto se realizó según el siguiente procedimiento: los áridos (cargas minerales para la producción del asfalto) se homogeneizaron en una mezcla de laboratorio calentable (mezcladora Rego) junto con un bitumen para construcción de carreteras del tipo Pigmental® 50/70 (producto comercial de la empresa TOTAL Bitumen Deutschland GmbH) durante 30 segundos a 180 °C. Después se añadió la muestra de pigmento a medir, es decir, los agentes de acuerdo con los ejemplos, y se mezclaron otros 120 segundos a la temperatura. Respectivamente se añadió el 3 % en peso de muestra de pigmento en relación con toda la composición. Con la mezcla se producen probetas según Marshall ("The Shell Bitumen Handbook, Shell Bitumen U.K. 1990, páginas 230-232). Las diferencias en el tono de color de los cuerpos de Marshall se valoraron colorimétricamente mediante comparación de los valores de rojo a* en el tono puro (valorado frente a un cuerpo de Marshall que se había producido con la misma cantidad de revestimiento de polvo Bayferrox® 130 (pigmento rojo de óxido de hierro de la empresa LANXESS Deutschland GmbH) (aparato de medición: Minolta Chromameter II, tipo de luz normalizada C, sistema CIELAB, DIN 5033, DIN 6174). Las diferencias en los valores de a* (valores de Δa^*) menores de 1,0 unidades CIELAB visualmente no se pueden diferenciar. Si el valor del valor a* de la probeta que se coloreó con la muestra a medir es menor que el de la probeta que se coloreó con el revestimiento de polvo Bayferrox® 130, esto señala a una menor capacidad de dispersión de la muestra a medir en comparación con el revestimiento de polvo. Cuanto menor sea el valor de los valores Δa^* en esta medición, más similar es el tono de color de las diferentes mediciones, lo que indica una reducida diferencia de la capacidad de dispersión de la muestra a medir en comparación con el revestimiento de polvo Bayferrox® 130.

I.2 Determinación de la fracción de grano de los agentes

La determinación de la fracción de grano se llevó a cabo con un aparato de cribado por vibración Retsch Vibronic tipo VE 1 con conjuntos de cribado de 1 y 6 mm (conjuntos de cribado según DIN ISO 3310). El agente (50,0 g) se pesó sobre el tamiz de mayor tamaño más superior. La torre de conjunto de cribado se hizo vibrar durante 2 min con una intensidad de vibración de 1 mm. Después se pesó cada tamiz individual y se determinó la fracción de cribado.

I.3 Determinación del valor de desgaste de los agentes

La determinación del valor de desgaste se llevó a cabo con una máquina de cribado de chorro de aire Rhewum LPS 200 MC. Se eligieron los siguientes ajustes: tobera 1 mm, caudal 35 m³/h, tamiz de 1 mm, número de revoluciones 18 rpm. El tamiz según DIN ISO 3310 se pesó en vacío y a continuación con 20 g de muestra. Después se conectó la máquina de cribado y la muestra se solicitó durante 1, 2, 3, 4 y 5 minutos (el material de cribado se arremolinó mediante el chorro de aire). Después de cada minuto se pesó el tamiz con la muestra y después se puso sobre la máquina y se cribó durante más tiempo.

Cálculo:

$$(20 \text{ g (peso inicial)} - \text{peso final}) / 20 \text{ g de peso inicial} \times 100 = \text{\% en peso de grano inferior (valor de desgaste)}$$

Como buena estabilidad al desgaste (= reducido valor de desgaste) de acuerdo con este ensayo se define una cantidad del 10 % en peso o menos, preferentemente el 5 % en peso o menos y de forma particularmente preferente del 2 % en peso o menos de grano inferior después de un arremolinado del material de cribado a lo largo de un periodo de tiempo de 5 minutos (= valor de desgaste después de 5 min, véase la Tabla 1).

II: Ejemplos

Propiedades de los pigmentos inorgánicos, aceites y ceras usados

polvo de pigmento Bayferrox® 130 de la empresa LANXESS Deutschland GmbH: hematita (óxido de hierro rojo) con la superficie BET (según DIN ISO 9277) 7-9 m²/g

Energol RC-R 100 de la empresa BP: aceite mineral con la viscosidad cinemática aproximadamente 60 cm²/h (100 cSt) a 40 °C (DIN 51562)

Tecero® 30332: cera microcristalina de la empresa Wachs- u. Ceresin-Fabriken Th. C. Tromm GmbH; propiedades: punto de solidificación (ISO 2207): 90-95 °C, penetración a 25 °C (DIN 51 579) 04 - 0,7 mm, viscosidad a 120 °C (DIN 53 019) 7 – 11 mPas.

Ejemplo 1

A 15,0 kg de pigmento rojo de óxido de hierro Bayferrox® 130 se añadieron 0,150 kg de aceite de compresión Energol RC-R 100 a temperatura ambiente y la mezcla se calentó en una mezcladora de Henschel de 75 l del tipo FM75 a aproximadamente 100 °C y se mezcló hasta aproximadamente durante 5 min y después se realizó la adición de 2,65 kg de Tecerowachs® 30332 y toda la mezcla se continuó mezclando durante aproximadamente 25 min

(número de revoluciones de la herramienta aproximadamente 780 rpm) y, a este respecto, se calentó hasta aproximadamente 180 °C. La temperatura se midió en el producto.

5 A continuación, el agente se descargó a través de una válvula y después del enfriamiento se cribó y se pesó. El rendimiento del agente se calculó para todo el intervalo del tamaño de grano entre 1 y 6 mm (Tabla 1).

Ejemplo 2

10 A 15,0 kg de pigmento rojo de óxido de hierro Bayferrox® 130 se añadieron 0,150 kg de aceite de compresión Energol RC-R 100 y 2,70 kg de Tecerowachs® 30332 a temperatura ambiente. La mezcla se mezcló en una mezcladora de Henschel de 75 l del tipo FM75 durante aproximadamente 15 min (número de revoluciones de la herramienta aproximadamente 780 rpm) y, a este respecto, se calentó hasta aproximadamente 180 °C. La temperatura se midió en el producto.

15 A continuación se descargó el agente a través de una válvula y después de la refrigeración se cribó y se pesó. El rendimiento del agente se calculó para todo el intervalo de tamaño de grano entre 1 y 6 mm (Tabla 1).

Tabla 1: ejemplos de acuerdo con la invención.

	Aceite: Energol RC-R 100	Cera: cera Tecero® 30332	Rendimiento de la fracción de cribado 1-6 mm	Capacidad de dispersión medida a través de Δa^*	Valor de desgaste (después de 5 min)
Agente de acuerdo con	% en peso (con respecto al peso total)		% en peso	Unidades CIELAB	% en peso
Ejemplo 1	0,84	14,9	>70	±1,0	<5
Ejemplo 2	0,84	15,1	>70	±1,0	<5

a) se midió la diferencia Δa^* (= delta a*) = valor de a* (media) menos valor de a* (referencia) en el bitumen. Referencia: material de partida Bayferrox 130

20 En los Ejemplos 1 y 2 se obtuvieron agentes con los rendimientos para la fracción de grano 1-6 mm por encima del 70 % en peso con buenas propiedades de color. Las muestras colorimétricamente eran comparables con el revestimiento de polvo Bayferrox® 130 (material de partida). Estos agentes presentan una estabilidad al desgaste muy buena (= reducido valor de desgaste) (Tabla 1).

25 **Ejemplo 3 (ejemplo comparativo)**

30 A 15,0 kg de pigmento rojo de óxido de hierro Bayferrox® 130 se añadieron 1,50 kg de microcera Tecerowachs® 30332 y la mezcla se calentó en una mezcladora de Henschel de 75 l del tipo FM75 hasta aproximadamente 150 °C y se mezcló a este respecto durante aproximadamente 70 min (número de revoluciones de la herramienta aproximadamente 780 rpm, la temperatura se midió en el producto). Ni después de 20 min ni después de 70 min se obtuvieron agentes en forma de trozos. El producto permaneció en forma de polvo a lo largo de todo el tiempo de mezcla. El rendimiento para la fracción de grano 1-6 mm por tanto ascendió al 0 % en peso.

35 **Ejemplo 4 (ejemplo comparativo)**

40 A 15,0 kg de pigmento rojo de óxido de hierro Bayferrox® 130 se añadieron 15,0 kg de microcera Tecerowachs® 30332 y la mezcla se calentó en una mezcladora de Henschel de 75 l de tipo FM75 hasta aproximadamente 140 °C y a este respecto se mezcló durante aproximadamente 30 min (número de revoluciones de la herramienta aproximadamente 780 rpm, la temperatura se midió en el producto). Ni después de 20 min ni después de 30 min se obtuvieron agentes en forma de trozos. El producto era pastoso. Por tanto, el rendimiento para la fracción de grano 1-6 mm ascendió al 0 % en peso.

Ejemplo 5 (ejemplo comparativo)

45 En este caso se repitió el Ejemplo 1 de la patente EP 0 567 882 B1 (preparación de un agente a través de granulación de plato). Se encontró un desplazamiento cromático Δa^* de -0,6 unidades CIELAB frente al polvo Bayferrox® 130 (patrón 2001). No obstante, el agente presentaba sólo una estabilidad al desgaste muy reducida (valor de desgaste después de 5 minutos de más del 20 % en peso).

REIVINDICACIONES

- 5 1. Agente que contiene al menos un pigmento inorgánico seleccionado del grupo de óxidos de hierro, oxihidróxidos de hierro, óxidos de cromo, dióxidos de titanio y/o pigmentos de fase mixta a base de óxidos de metal, uno o varios aceites y una o varias ceras, en donde al menos el 50 % en peso del agente presenta un tamaño de grano de 1 mm o superior, **caracterizado por que** la cantidad total de cera o ceras es de más del 10 al 25 % en peso, con respecto a la cantidad total del agente, y la cantidad total de aceite o aceites, del 0,1 al 5,0 % en peso, con respecto a la cantidad total del agente, y el agente presenta un valor de desgaste del 10 % en peso o menos.
- 10 2. Agente de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** los aceites están seleccionados del grupo de aceites sintéticos que consisten esencialmente en los elementos carbono e hidrógeno y/o nitrógeno y/u oxígeno y/o azufre y/o halógenos y/o boro, aceites minerales, aceites animales y/o vegetales.
- 15 3. Agente de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** las ceras presentan un punto de solidificación entre 50 y 140 °C.
- 20 4. Agente de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** las ceras están seleccionadas del grupo de ceras de Fischer-Tropsch, ceras minerales, ceras Montana, ceras vegetales y/o ceras animales.
- 25 5. Agente de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** la cantidad total de cera o ceras es del 13 al 20 % en peso, con respecto a la cantidad total del agente.
- 30 6. Procedimiento para la producción de agentes de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que**
- a) se mezcla al menos un pigmento inorgánico con uno o varios aceites y
 - b) se mezcla la mezcla de la etapa a) con una o varias ceras,
 - c) la mezcla de la etapa b) se continúa mezclando a una temperatura por encima del punto de solidificación de la cera o de las ceras
- o
- a') se mezcla al menos un pigmento inorgánico con una o varias ceras y
 - b') se mezcla la mezcla de la etapa a') con uno o varios aceites,
 - c') la mezcla de la etapa b') se continúa mezclando a una temperatura por encima del punto de solidificación de la cera o de las ceras
- o
- al menos un pigmento inorgánico se mezcla simultáneamente con uno o varios aceites y con una o varias ceras y, a continuación, la mezcla se continúa mezclando a una temperatura por encima del punto de solidificación de la cera o de las ceras.
- 40 7. Procedimiento para la preparación de agentes de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado por que** el agente producido se refrigera a temperatura ambiente y a continuación se criba hasta un intervalo de tamaño de grano, de tal manera que al menos el 50 % en peso del agente presenta un tamaño de grano de 1 mm o superior.
- 45 8. Procedimiento para la preparación de agentes de acuerdo con las reivindicaciones 6 o 7, **caracterizado por que** las etapas a) o a') se llevan a cabo a una temperatura por debajo de los puntos de solidificación de las ceras.
- 50 9. Procedimiento para la preparación de agentes de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 6 a 8, **caracterizado por que** la mezcla se calienta antes de las etapas b) o b') a de 60 °C a 150 °C.
- 55 10. Procedimiento para la preparación de agentes de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 6 a 9, **caracterizado por que** se llevan a cabo las etapas c) o c') a de 110 °C a 230 °C.
- 60 11. Procedimiento para la preparación de agentes de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 6 a 10, **caracterizado por que** después de la adición simultánea de aceite o aceites, cera o ceras al pigmento inorgánico se aumenta la temperatura de esta mezcla a de 110 °C a 230 °C.
- 65 12. Uso de agentes de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 5 para la coloración de materiales de construcción, preferentemente asfalto, bitumen, mezclas bituminosas, alquitrán y composiciones que contienen alquitrán.
13. Procedimiento para la coloración de materiales de construcción, preferentemente asfalto, bitumen, mezclas bituminosas, alquitrán y composiciones que contienen alquitrán que comprende mezclar el agente de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 5 con el material de construcción por encima de su punto de reblandecimiento.

14. Materiales de construcción **caracterizados por que** están coloreados con agentes de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 5.