

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 595 409**

51 Int. Cl.:

C09C 1/42 (2006.01)

C09D 7/12 (2006.01)

C04B 33/32 (2006.01)

C09C 1/40 (2006.01)

C08K 3/34 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.08.2012** **PCT/US2012/050168**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.02.2013** **WO13025444**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.08.2012** **E 12824047 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.07.2016** **EP 2744863**

54 Título: **Carga de pigmento de pintura a base de caolín de nueva generación**

30 Prioridad:

15.08.2011 US 201161523546 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
29.12.2016

73 Titular/es:

BASF CORPORATION (100.0%)
100 Park Avenue
Florham Park, NJ 07932, US

72 Inventor/es:

KHOKHANI, ASHOK y
FOLMAR, KENNETH W.

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 595 409 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

Carga de pigmento de pintura a base de caolín de nueva generación

Campo de la invención

La presente invención se refiere a productos de caolín calcinado, a su producción y a su uso. Más específicamente, la invención se refiere a productos de carga de pigmento de caolín calcinado que muestran una combinación única de propiedades físicas y de aplicación no vistas anteriormente juntas en cargas de pigmento a base de caolín calcinado. Estos productos, según la invención, ofrecen una resistencia mejorada al raspado y pulido al tiempo que se mantiene o mejora la opacidad en pinturas y otras composiciones de recubrimiento. Más generalmente, los productos de la invención amplían significativamente la gama de uso de caolín calcinado en pinturas y otras composiciones de recubrimiento.

Antecedentes de la invención

Las pinturas se formulan normalmente con una combinación de pigmentos y cargas para lograr un poder de cobertura, capacidad de tinción, brillo y lustre, color, resistencia al raspado, resistencia al pulido y resistencia a las manchas deseados. En algunos casos, las cargas seleccionadas pueden ampliar económicamente la funcionalidad de los pigmentos en la formulación. Los pigmentos usados en pintura pueden incluir pigmentos orgánicos e inorgánicos, copos de pigmento, tintes insolubles y otra materia colorante duradera. Aunque la pigmentación de la pintura puede proceder únicamente de pigmentos de imprimación, esto no resulta económicamente práctico dada la alta concentración en volumen de pigmento indicada. El dióxido de titanio se usa ampliamente en pinturas y recubrimientos para mejorar la luminosidad y opacidad, pero es un pigmento de imprimación caro. En los últimos años, se han realizado considerables esfuerzos por desarrollar sustitutos satisfactorios para el dióxido de titanio. Las cargas de pigmento comunes incluyen carbonato de calcio, baritas, silicatos de magnesio, silicatos de aluminio incluyendo caolín calcinado e hidratado, tierra de diatomeas, sílice y mica. Para la resistencia al raspado, al pulido y a las manchas, se usan cargas como sienita nefelínica, albita y microesferas cerámicas.

El caolín calcinado en pintura ha encontrado uso tradicionalmente en pinturas semimate y mate de PVC superior para interior. Su funcionalidad ha sido como opacificante para dar carga a pigmentos más costosos y proporcionar aspecto mate para controlar el desarrollo de brillo del recubrimiento. Estas cargas de pigmento se producen calcinando parcial o completamente una fracción de tamaño de partícula fino de caolín hidratado. Las cargas de pigmento opacificantes de arcilla de caolín calcinado, tales como los productos suministrados con los nombres comerciales Satintone™ 5 y Satintone™ 5HB por BASF Corporation, son a modo de ejemplo y han demostrado ser superiores a otras cargas de pigmento, por ejemplo carbonato de calcio y caolines hidratados.

A escala comercial, la calcinación de caolín puede llevarse a cabo en un calcinador rotatorio con flujo a contracorriente de aire caliente o en un horno vertical de Nichols Herreshoff. En el laboratorio, habitualmente se aplica un horno de mufia. El caolín que va a calcinarse es normalmente un polvo finamente dispersado con una fase de molienda de Hegman de 4,5 o superior. Este grado de dispersión se logra generalmente haciendo pasar el polvo de caolín seco a través de un procedimiento de pulverización diseñado de manera apropiada.

Para un experto en la técnica de la calcinación de caolín, el caolín, cuando se calienta, experimentará una serie de cambios de forma cristalina que ofrecen atributos de propiedades químicas y físicas significativamente diferentes. El primero de ellos se produce en el intervalo de 840 a 1200°F (450°-650°C). Aquí, el caolín hidratado se deshidroxila con la formación de un material amorfo esencialmente anhidro habitualmente denominado "metacaolín".

A medida que se aplica calor progresivamente a metacaolín, su red cristalina se reconfigurará para dar una fase de gamma-alúmina (espinela). Esto se produce normalmente a medida que el material de alimentación alcanza un intervalo de temperatura de 1650 a 1750°F (de 900 a 955°C). Por encima de esta temperatura, la gamma-alúmina se convierte progresivamente en mullita. A 2300°F (1260°C), la conversión en mullita es esencialmente completa. A una temperatura superior, la matriz de mineral sintético se reconfigurará de nuevo para dar cristobalita. La difracción de rayos X (XRD) es una manera conveniente de evaluar el nivel de mullita presente en la red cristalina de espinela. El índice de mullita (I.M.) es un método de difracción de rayos X cuantitativo usado para cuantificar la cantidad de mullita en un material. La cuantificación se realiza integrando el área de un pico, o picos, y comparando la intensidad de pico integrada de la muestra desconocida con una curva de calibración. La curva de calibración se forma normalmente haciendo pasar muestras que consisten en incrementos del 10% de mullita de desde el 0% hasta el 100%. Por tanto, un índice de mullita de 35 indica que la muestra contiene aproximadamente el 35% de mullita. Dado que normalmente no se tienen en cuenta la absorción de masas o la orientación preferida, el valor del índice de mullita no puede denominarse exactamente como porcentaje, pero puede usarse en un sentido relativo como un intervalo en porcentaje útil de mullita en la muestra. En general, tras la calcinación, la matriz inerte tiene normalmente desde el 40-60% de SiO₂ y el 60-40% de Al₂O₃.

Se han usado cargas de pigmento de caolín calcinado durante varias décadas en varias aplicaciones industriales tales como recubrimiento de papel, relleno de papel, pinturas, plásticos, etc. En estas aplicaciones, las cargas de pigmento de caolín confieren a los productos acabados varias propiedades deseables: carga de TiO_2 /opacidad, control del lustre/brillo, resistividad eléctrica, resistencia mecánica (en plásticos), fricción (en papel). Las aplicaciones de recubrimiento y relleno de papel requieren casi exclusivamente pigmentos de caolín completamente calcinado finos tales como el pigmento ANSILEX®-93 con el 93% de luminosidad fabricado por BASF Corporation. Véase, por ejemplo, la patente estadounidense n.º 3.586.523, Fanselow *et al*, que describe la producción de tales pigmentos a partir de caolines ultrafinos “duros” del Terciario ultrafinos. El término “completamente calcinado” es interesante porque define un intervalo bastante estrecho de estructuras de matriz de caolín calcinado. La calcinación ha avanzado a la fase de espinela y se ha detenido cuando sólo se ha incorporado un pequeño grado de mullita (el 10% en peso o menos).

La temperatura a la que se producen las transiciones cristalinas anteriormente mencionadas puede reducirse mediante la adición de un fundente a la alimentación de caolín hidratado antes de la calcinación tal como se da a conocer en el documento U.S. 6.136.086 legalmente cedida. Se hace referencia a la patente estadounidense n.º 2.307.239, Rowland, que es una patente pionera en el campo de pigmentos de caolín calcinado. Esta patente da a conocer de manera amplia la adición de diversos compuestos alcalinos y alcalinotérreos a arcilla antes de la calcinación.

El documento WO 2006/014303 A1 se refiere a métodos de preparación de caolín calcinado que tiene un alto contenido en mullita que implican calentar hasta determinadas temperaturas. También se dan a conocer sistemas para preparar el caolín calcinado que tiene un alto contenido en mullita y materiales compuestos poliméricos que contienen el caolín calcinado que tiene un alto contenido en mullita.

Por otro lado, el documento WO 93/08133 A1 se refiere a pigmentos blancos compuestos, constituidos por dióxido de titanio (TiO_2) y caolín que se preparan sometiendo una suspensión de caolín a secado por pulverización con gas inyectado para fomentar la descomposición de gotitas y la fragmentación. La suspensión contiene un agente de suspensión hidrocoloidal y un reactivo catiónico para hacer que las partículas de caolín sean catiónicas.

Finalmente, el documento WO 2007/030364 A2 se refiere a composiciones que comprenden caolines calcinados que tienen un tamaño de partícula grande y bajos niveles de óxidos de metales alcalinos y alcalinotérreos. También se describen métodos de preparación del caolín calcinado dado a conocer mediante calcinación de caolín hidratado.

Sumario de la invención

Al ampliar el intervalo de tratamiento térmico de caolín, pueden crearse redes cristalinas de espinela/mullita que aumentan la dureza de la red cristalina del producto y confieren beneficios de opacidad crecientes en pintura y otras composiciones de recubrimiento. Al convertir un gran porcentaje del caolín calcinado en mullita, la dureza de Mohs del producto puede aumentarse hasta el intervalo de 6,0 a 6,5. Este nivel de dureza está en línea con minerales naturales tales como sienita nefelínica y microesferas cerámicas sintéticas que encuentran una aplicación más amplia como cargas en aplicaciones de pinturas tanto de interior como de exterior. Este caolín calcinado novedoso también ofrece un potencial de opacidad mejorado.

Un caolín calcinado típico usado en aplicaciones de pintura tiene un índice de mullita (I.M.) en el intervalo de 3,0 a 10,0, lo cual se relaciona con una dureza de Mohs de 4,0 a 5,0. Las partículas de caolín calcinado que tienen un I.M. de al menos 25,0 pueden encontrar uso ventajoso en pinturas y otras aplicaciones de recubrimiento ya que proporcionan resistencia aumentada al raspado y pulido y son un mejor opacificante que las cargas de pintura duras típicas sienita nefelínica o microesferas cerámicas, por ejemplo.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un nuevo tipo de carga de pigmento que puede usarse en combinación con uno o más pigmentos y se basa en caolín. Las propiedades únicas de la carga de pigmento se han modificado por ingeniería combinando selección/enriquecimiento de caolín hidratado, adición de fundente(s) y cocción a alta temperatura. Puede haber un impacto beneficioso sobre propiedades tales como resistencia al raspado y resistencia al pulido al lograr un I.M. de producto de 25,0 o más. Puede modificarse por ingeniería una red cristalina de espinela/mullita más dura, más duradera. Pueden usarse agentes fundentes para reducir la temperatura de calcinación necesaria para obtener estas ventajas de propiedades.

Por tanto, la presente invención se refiere a una carga de pigmento de caolín que tiene una mediana del tamaño de partícula de 2 a 7 micrómetros, según se mide mediante un analizador del tamaño de partícula Sedigraph® 5120, y que comprende una arcilla de caolín completamente calcinado que tiene un índice de mullita de producto (I.M.) de al menos 25. Además, la presente invención se refiere a un método de formación de una carga de pigmento de caolín mejorada que comprende:

formar una suspensión acuosa de caolín hidratado, secar por pulverización dicha suspensión hasta obtener un producto de caolín secado,

calcinar dicho producto de caolín a una temperatura de entre 1.050-1.300°C y un tiempo suficiente para convertir el caolín hidratado en un caolín completamente calcinado que tiene un I.M. de producto de al menos 25,0, y

- 5 pulverizar dicho caolín calcinado hasta obtener partículas que tienen una mediana del tamaño de partícula de 2 a 7 micrómetros según se mide mediante un analizador del tamaño de partícula Sedigraph® 5120.

La carga de pigmento de esta invención es una arcilla de caolín calcinado. Normalmente, se producen cargas de pigmento de caolín completamente calcinado a partir de productos en bruto de caolín del Terciario de Georgia central duros, finos, tales como los mencionados en la patente estadounidense n.º 3586.523, que portan contaminación por hierro y titanio de aproximadamente el 0,90-1,1% de Fe_2O_3 y el 1,0-1,8% de TiO_2 , respectivamente. Desde hace mucho tiempo la práctica ha consistido en eliminar estas impurezas hasta diversos grados mediante medios físicos o fisicoquímicos, tales como flotación de espuma, floculación selectiva, purificación magnética, blanqueo y combinaciones de los mismos. En cualquier caso, las arcillas pueden enriquecerse opcionalmente para potenciar la luminosidad. La arcilla también se fraccionará habitualmente para alcanzar una distribución de tamaño de partícula deseada. En cualquier caso, normalmente la arcilla de caolín empleada en la preparación de las cargas de pigmento de la invención al menos se habrá desarenado y clasificado hasta un intervalo de tamaño deseado mediante técnicas convencionales y opcionalmente puede enriquecerse para potenciar la luminosidad.

En la presente invención, se lleva a cabo la calcinación a una temperatura de entre 1050-1300°C y durante un periodo de tiempo suficiente para convertir caolín hidratado en espinela y después un porcentaje seleccionado como objetivo de la espinela en mullita. La temperatura de calcinación y el tiempo de residencia son una función de la configuración de procedimiento usada. El límite de temperatura superior para la etapa de calcinación viene dictado por la cantidad de mullita deseada en la red cristalina acabada. Se conoce que la calcinación de caolines a temperaturas de 1400°C a 1600°C convierte sustancialmente todo el caolín en mullita. En esta región de temperatura, el control del tratamiento térmico del caolín es problemático y la generación de cristobalita no deseada es probable. Por consiguiente, la temperatura de calcinación y el tiempo para la calcinación se limitan para obtener un I.M. de producto de al menos 25,0, en particular de 25,0 a 62,0, incluyendo de 35,0 a 62,0. También se muestran a modo de ejemplo condiciones de calcinación para obtener un I.M. de producto de 40,0 a 54,0. Se indica que la adición de fundente también afectará a ambos de estos requisitos.

La alimentación de arcilla de caolín hidratado al calcinador se seca y pulveriza de modo que se presenta un polvo finamente dispersado para el tratamiento térmico. En los siguientes ejemplos, la alimentación de caolín hidratado para la calcinación se dispersó aniónicamente para el enriquecimiento y se secó por pulverización. Esto es tan sólo uno de los numerosos enfoques disponibles para el experto en la técnica de calcinación de caolín. El calentamiento de producto uniforme hasta la temperatura requerida es clave para minimizar la generación de aglomerados gruesos que pueden mitigar el nivel de resistencia al raspado/pulido de la carga de pigmento y tener un impacto sobre las características de formación de película de la composición de recubrimiento. Por tanto, los productos calcinados se pulverizan hasta obtener un polvo finamente dispersado tras la calcinación. Los criterios de aceptación para esta etapa de atrición son del 2,0% o menos en peso de partículas de +325 de malla.

Preferiblemente se añaden agentes fundentes a la suspensión de caolín hidratado antes del secado y la calcinación. La dosificación de agente fundente y el tipo de agente fundente requerido dependen de la morfología de la alimentación de caolín hidratado y su distribución de tamaño de partícula. El agente fundente puede mezclarse con caolín en presencia de agua en diversos puntos durante el enriquecimiento de caolín hidratado. Por tanto, el agente fundente puede añadirse durante o tras la formación de una suspensión de caolín. Si se añade durante la formación de la suspensión, el agente fundente puede actuar como agente dispersante para mejorar la dispersión de caolín. Aunque no es esencial, resulta preferible añadir el fundente a una suspensión de caolín hidratado dispersada de manera aniónica justo antes de secar por pulverización. Una vez secada, la alimentación del calcinador se pulveriza y después se calienta a temperaturas de entre 1050 y 1300°C. La temperatura de calcinación viene dictada por el nivel deseado de I.M. de producto y el tiempo de residencia de procedimiento. El producto calcinado se pulveriza antes de su uso en la formulación de pinturas, colores de recubrimiento de papel, plásticos, caucho y otras aplicaciones.

Puede emplearse una amplia gama de agentes fundentes en la preparación de cargas de pigmento usando la presente invención. Estos incluyen sales de iones de metales alcalinos y alcalinotérreos de óxidos de metales, carbonatos o sus combinaciones. Los óxidos de metales típicos son óxidos de boro, silicatos, óxidos alcalinos y alcalinotérreos, germanatos, fosfatos, alúmina, óxido de antimonio, óxido de plomo, óxido de zinc, óxido de arsénico y zirconato. También se incluye el ácido bórico. Los carbonatos típicos son carbonatos alcalinos y alcalinotérreos tales como carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, carbonato de calcio y carbonato de magnesio. Esta lista no es de ningún modo exhaustiva. También se incluyen sales distintas de óxidos orgánicas e inorgánicas de metales alcalinos o alcalinotérreos que pueden formar óxidos de metales tras la exposición al aire a temperaturas de

calcinación, incluyendo haluros, nitratos, acetatos, hidróxidos, sulfatos y polielectrolitos orgánicos tales como una sal de sodio de poli[ácido acrílico]. Agentes fundentes preferidos son compuestos alcalinos y alcalinotérreos de óxidos de boro, silicatos, fosfatos, sales de metales alcalinos y alcalinotérreos de carbonatos y bicarbonatos, o sus combinaciones. Se prefieren especialmente bórax [borato de sodio, $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{B}_2\text{O}_3$ en forma o bien hidratada o bien anhidra], ceniza de soda [Na_2CO_3], y silicatos de sodio con una razón en peso de SiO_2 con respecto a Na_2O de 2,00 a 3,25. Los silicatos de sodio se prefieren especialmente por su fácil disponibilidad, facilidad de mezclado con caolín hidratado en forma de suspensión, bajo requisito de nivel de dosificación y bajo coste. El producto de caolín calcinado contendrá normalmente una pequeña cantidad de cationes de fundente activo en una cantidad del 0,01 a menos del 2,0% en peso.

10 En general, el producto de caolín calcinado tendrá una mediana del diámetro de tamaño de partícula de 2 a 7 micrómetros según se mide mediante un analizador del tamaño de partícula Sedigraph® 5120, fabricado por Micromeritics, Atlanta, Ga. La fracción en peso del producto de más de 44 micrómetros (+325) es preferiblemente del orden del 0,01 al 1,0 por ciento en peso. Además, se prefiere que la fracción de tamaño de partícula de menos de 2 micrómetros esté en el intervalo del 25-50%.

15 La carga de pigmento de la presente invención puede usarse de manera eficaz en una pintura. Tales pinturas pueden incluir, pero no se limitan a, pinturas de base acuosa, pinturas de base de disolvente, etc. En un ejemplo no limitativo, la carga de pigmento se incluye en una pintura de base acuosa. En un aspecto no limitativo de este ejemplo, el uno o más polímeros usados en pinturas de base acuosa pueden incluir, pero no se limitan a, polímeros en emulsión de polímeros de acetato de vinilo, estireno, estireno-butadieno, acetato de vinilo-cloruro de vinilo, acrilonitrilo-butadieno, isopreno, cloruro de vinilideno-acrilonitrilo, cloruro de vinilideno-acetato de vinilo, cloruro de vinilo-acrilonitrilo, éster de ácido acrílico y éster de ácido metacrílico y copolímeros de los mismos con otros monómeros vinílicos, cauchos naturales y sintéticos carboxilados, etcétera. Otras pinturas de base acuosa bien conocidas y útiles incluyen las resinas epoxídicas, resinas alquídicas, resinas alquídicas ftálicas, aceites secantes emulsionados, poliestireno, y similares. En un ejemplo específico no limitativo, la pintura de base acuosa es una
20 pintura de látex. Un ejemplo no limitativo de la pintura de látex puede incluir látex acrílico; sin embargo, puede apreciarse que pueden usarse muchos otros tipos o tipos adicionales de pinturas de látex.

En otro aspecto no limitativo de la presente invención, un pigmento que puede usarse en combinación con la carga de pigmento incluye pigmentos de cobertura blancos y/o pigmentos coloreados orgánicos y/o inorgánicos. El pigmento se usa comúnmente en pinturas o recubrimientos para proporcionar un mejor "poder de cobertura" y/o
30 recubrimiento. Generalmente, el pigmento de imprimación tiene un índice de refracción de al menos aproximadamente 1,8, y normalmente de al menos aproximadamente 2,0; sin embargo, puede apreciarse que el pigmento puede tener otros valores de índice de refracción. Los ejemplos no limitativos de pigmentos blancos pueden incluir, pero no se limitan a, dióxidos de titanio rutilo y/o anatasa, silicato de plomo básico, litopón, titanato de litopón, pigmento de titanio-bario, pigmento de titanio-calcio, pigmento de titanio-magnesio, sulfuro de zinc, titanato de plomo, óxido de antimonio, óxido de zirconio, sulfuro de bario, plomo blanco, óxido de zinc, óxido de zinc con plomo, y similares, y/o una o más combinaciones de los mismos. En un ejemplo específico no limitativo, el pigmento blanco incluye al menos aproximadamente el 20% de dióxido de titanio. En otro ejemplo específico no limitativo, el pigmento blanco incluye al menos aproximadamente el 50% de dióxido de titanio. Cuando se incluye dióxido de titanio en el pigmento de cobertura, el tamaño de partícula promedio del dióxido de titanio es de aproximadamente
40 0,1-0,5 micrómetros; sin embargo, puede apreciarse que pueden usarse tamaños de partícula mayores o menores. Las proporciones relativas del pigmento y la carga de pigmento de esta invención pueden variarse ampliamente, pero habitualmente el pigmento está presente a una concentración que proporciona la cobertura o el poder de recubrimiento de pintura deseado, y el pigmento de carga está presente en una cantidad que le proporciona a la pintura la concentración en volumen de pigmento total deseada. La razón en peso de carga de pigmento con respecto a pigmento en la pintura o el recubrimiento es generalmente de al menos aproximadamente 0,1, y normalmente de aproximadamente 0,1-4:1; sin embargo, pueden usarse otras razones en peso.

En otro aspecto no limitativo de la presente invención, el agente de pintura o de recubrimiento incluye un espesante. Muchos agentes de recubrimiento tales como pinturas incluyen espesantes para modificar las propiedades reológicas de la pintura para garantizar una buena aplicación con brocha, manipulación y/u otras características de
50 aplicación o características adicionales. En una realización no limitativa, el agente de recubrimiento en forma de pintura incluye un espesante tal como, pero sin limitarse a, espesantes carboxilados, espesante asociativo de uretano, espesantes de poli(ácido acrílico), espesantes celulósicos, etc.; sin embargo, pueden usarse otros espesantes o espesantes adicionales en el agente de recubrimiento.

La pintura puede incluir uno o más de otros componentes tales como disolventes coalescentes (por ejemplo, 2-fenoxietanol, butil éter de dietilenglicol, ftalato de dibutilo, dietilenglicol, monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,1,3-pentanodiol, etc.), agentes mate (por ejemplo, sílice, etc.), plastificante, agente de ajuste del pH, color de tinción, agente anticongelante (por ejemplo, etilenglicol, etc.), tensioactivo, desespumante, dispersante, agentes antiespumantes, agua, disolvente, agentes de olor, conservante y/o biocida.

La pintura o el recubrimiento puede prepararse usando técnicas convencionales. En una realización no limitativa, los

- componentes de la pintura pueden combinarse entre sí con alta cizalladura para formar una mezcla comúnmente denominada "la fase de molienda". La consistencia de esta mezcla es comparable a la del barro como para dispersar eficazmente los componentes con un agitador de alta cizalladura. Durante la preparación de la fase de molienda, se usa energía de alta cizalladura para descomponer las partículas agregadas. Los componentes no incluidos en la fase de molienda se denominan comúnmente "la fase de dilución". La fase de dilución es habitualmente mucho menos viscosa que la fase de molienda, y se usa habitualmente para diluir la fase de molienda para obtener una pintura o un recubrimiento final con la consistencia apropiada. El mezclado final de la fase de molienda con la fase de dilución se lleva a cabo normalmente con mezclado con baja cizalladura; sin embargo, esto no se requiere.

Ejemplo 1

- Se preparó una formulación de una composición de pintura tal como se muestra en la tabla 1 en la que se usaron sienita nefelínica y caolín calcinado con un I.M. de producto de 53,0 como cargas de pigmento.

TABLA 1

Formulación de pintura mate de interior de primera calidad	
	PBW
TiO ₂	310,0
Agua	70,0
Etilenglicol	21,6
Agente dispersante	18,0
Tampón	0,5
Agente humectante	3,0
Desespumante	1,0
Carga de pigmento	245,0
Attagel® 50	3,0
Fase de molienda de Hegman de 3 a 4, después añadir	
Agua	85,4
Agentes espesantes	26,8
Emulsión acrílica	325,0
Coalescente	13,4
Polímero opaco	41,3
Biocida	1,3
Fungicida	3,5
Desespumante	3,0
Total	1171,7

En la tabla 2 se muestran los resultados de pruebas de cobertura, brillo y lustre y propiedades de película de la pintura.

TABLA 2

	sienita nefelínica	sienita nefelínica	sienita nefelínica	caolín calcinado con I.M. de 53,0
Propiedades	2 micrómetros	3,5 micrómetros	11 micrómetros	2,8 micrómetros
Viscosidad UK (unidades Krebs)	102	102	100	99
Razón de contraste 3 mils	98,24	97,53	97,22	97,80
Reflectancia	90,49	90,71	91,13	89,32
Hunter L	96,78	96,88	96,99	96,64
Hunter a	-0,77	-0,80	-0,83	-0,94
Hunter b	1,53	1,51	1,47	2,16
Brillo a 20 grados	1,30	1,30	1,40	1,30
Brillo a 60 grados	3,00	3,40	3,90	2,40
Lustre a 85 grados	11,40	6,90	2,00	1,50
Capacidad de tinción: frente a control comercial	99,28	97,98	93,90	98,92
Viscosidad ICI, Poise	1,58	1,52	1,52	1,60
Resistencia al raspado, 7 días de curado (norma ASTM D2486-06)				
Promedio de muestra	1216	1188	1513	1711

	sienita nefelínica	sienita nefelínica	sienita nefelínica	caolín calcinado con I.M. de 53,0
Promedio de control comercial	1338	1278	1280	1412
% de cambio en raspado	-8	7	18	21
Resistencia al pulido, 4 días de curado (norma ASTM D6736-08)				
Brillo sin raspado 20°, 60°, 85°	1,3 2,9 11,9	1,3 3,2 7,3	1,4 3,6 1,9	1,3 2,3 1,4
Brillo con raspado 20°, 60°, 86°	1,4 3,9 17,0	1,4 3,9 10,5	1,4 3,8 2,7	1,3 2,8 3,2
Diferencia de brillo	0,1 1,0 5,1	0,1 0,7 3,2	0 0,2 0,8	0 0,5 1,9

La razón de contraste es una medida del poder de cobertura o la opacidad. Un valor de 0,98 o superior significa una cobertura completa. La capacidad de tinción es una medida de la capacidad de una pintura blanca para reducir la intensidad de una dispersión de color, tal como una dispersión de negro de carbono en este caso. Al control se le asigna un valor de 100 y los otros se comparan con el mismo. El control comercial es una pintura de alta calidad adquirida de una ferretería.

Se lleva a cabo una prueba de raspado mediante el método de la norma ASTM D2486-06 y se mide la resistencia al pulido mediante la norma ASTM D6736-08. En la prueba de raspado, se somete una película de pintura que se ha secado al aire durante 7 días a pases de brocha repetidos usando unos medios abrasivos. El número de ciclos para retirar la película de pintura es el número usado como ciclos de resistencia al raspado. La resistencia al pulido usa un método similar pero en este caso se mide el brillo y lustre antes y después de la prueba y se notifica el cambio como resistencia al pulido.

Tal como se observa a partir de la tabla 2, la carga de pigmento de caolín de esta invención proporciona una combinación de propiedades incluyendo lustre muy bajo, buena cobertura y capacidad de tinción, excelente resistencia al raspado y excelente resistencia al pulido. Esta combinación es difícil de obtener en un único producto. La comparación de la pintura que contiene caolín calcinado con las pinturas que contienen diversos tamaños de partícula de sienita nefelínica, muestra que la carga de pigmento de la presente invención parece proporcionar las mejores propiedades de todas las calidades de sienita nefelínica en un único producto. El producto de esta invención puede lograr un lustre muy bajo y por tanto es muy adecuado para pinturas mate. Debido a su alto I.M. de producto, el caolín calcinado tiene una dureza muy alta que contribuye a la alta resistencia al raspado. La distribución de tamaño de partícula única proporciona una combinación de buena cobertura, capacidad de tinción y bajo lustre.

REIVINDICACIONES

1. Carga de pigmento de caolín que tiene una mediana del tamaño de partícula de 2 a 7 micrómetros, según se mide mediante un analizador del tamaño de partícula Sedigraph® 5120, y que comprende una arcilla de caolín completamente calcinado que tiene un índice de mullita de producto (I.M.) de al menos 25.
- 5 2. Carga de pigmento de caolín según la reivindicación 1, en la que el caolín completamente calcinado tiene un I.M. de producto de 40,0 a 54,0.
3. Carga de pigmento de caolín según la reivindicación 1, que contiene además cationes alcalinos o alcalinotérreos de un agente fundente.
- 10 4. Carga de pigmento de caolín según la reivindicación 3, que contiene del 0,01 a menos del 2,0% en peso de dichos cationes.
5. Composición de pintura que comprende la carga de pigmento según la reivindicación 1.
6. Composición de pintura según la reivindicación 5, que incluye además un pigmento de imprimación distinto de dicho caolín completamente calcinado.
7. Composición de pintura según la reivindicación 5, que comprende una pintura de base acuosa.
- 15 8. Composición de pintura según la reivindicación 7, que incluye una mezcla de dicho caolín completamente calcinado y un pigmento de imprimación, distinto de dicho caolín.
9. Método de formación de una carga de pigmento de caolín mejorada que comprende:

formar una suspensión acuosa de caolín hidratado, secar por pulverización dicha suspensión hasta obtener un producto de caolín secado,

20 calcar dicho producto de caolín a una temperatura de entre 1.050-1.300°C y un tiempo suficiente para convertir el caolín hidratado en un caolín completamente calcinado que tiene un I.M. de producto de al menos 25,0,

pulverizar dicho caolín calcinado hasta obtener partículas que tienen una mediana del tamaño de partícula de 2 a 7 micrómetros según se mide mediante un analizador del tamaño de partícula Sedigraph® 5120.
- 25 10. Método según la reivindicación 9, en el que se añade un agente fundente a dicho caolín hidratado durante la formación de dicha suspensión o tras la formación de dicha suspensión, antes de secar por pulverización.