

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 622 175**

51 Int. Cl.:

C08K 3/10 (2006.01)

C09C 1/00 (2006.01)

C08J 3/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.03.2014 PCT/IB2014/000977**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2014 WO14140845**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.03.2014 E 14744629 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.01.2017 EP 2970629**

54 Título: **Pigmento no micronizado para aplicaciones plásticas**

30 Prioridad:

14.03.2013 US 201313829357

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

05.07.2017

73 Titular/es:

**CRISTAL INORGANIC CHEMICALS
SWITZERLAND LTD. (100.0%)
Lindenstrasse 14
6340 Baar, CH**

72 Inventor/es:

**EL-SHOUBARY, MODASSER y
MUNDLE, LEE, CHRIS**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 622 175 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).

Pigmento no micronizado para aplicaciones plásticas**DESCRIPCIÓN**

5

Antecedentes de los conceptos de la invención

1. Campo de los conceptos de la invención

10

Los conceptos de la invención divulgados y reivindicados en el presente documento se refieren a procedimientos para la fabricación de pigmentos para aplicaciones de plásticos, más particularmente, pero no a modo de limitación, a procedimientos de tratamiento de superficie de pigmentos para aplicaciones de plásticos de tal manera que la micronización no es necesaria. 2. Breve descripción de la técnica relacionada

15

Los pigmentos inorgánicos en partículas se utilizan como opacificantes y colorantes en muchas industrias, incluidas las industrias de revestimientos, papel y plásticos. El dióxido de titanio es el pigmento blanco más utilizado en el comercio actualmente debido a su capacidad para conferir una alta opacidad cuando se formula en productos de uso final. Los pigmentos de dióxido de titanio generalmente se micronizan para formar un polvo finamente dividido y, de ese modo, maximizar las propiedades opacificantes impartidas a los materiales formulados con ellos.

20

La eficacia del pigmento en partículas en tales aplicaciones de plásticos depende, en parte, de la uniformidad con la que se puede dispersar el pigmento en la masa fundida de polímero. Las partículas de dióxido de titanio tienen típicamente una superficie hidrófila, lo que hace que sean difíciles de incorporar en materiales hidrófobos, tales como plásticos. Sin un tratamiento adecuado de la superficie, incluso mezclando durante largos períodos de tiempo con niveles altos de energía no logran una buena dispersión. Además, los polvos de dióxido de titanio son, inherentemente, polvorientos y con frecuencia exhiben malas características de flujo del polvo durante la manipulación del propio polvo, especialmente durante la formulación, la formación de compuestos y la fabricación de los productos finales.

25

30

Con este fin se ha usado la modificación física y química de las superficies de partículas de dióxido de titanio para mejorar las propiedades de las partículas de dióxido de titanio en matrices poliméricas. Tales mejoras buscadas incluyen características de flujo mejoradas, disminución de la actividad química y estabilidad térmica mejorada, especialmente resistencia a la formación de cordones en aplicaciones de películas poliméricas extruidas. Los agentes de tratamiento de la superficie se añaden al dióxido de titanio en partículas para proporcionar una superficie hidrófoba para su uso en plásticos. Las partículas de pigmento de dióxido de titanio se micronizan para lograr suficiente de desaglomeración de las partículas de pigmento antes de la composición del pigmento con un polímero para producir un concentrado de polímero. Se han formulado lotes maestro de dióxido de titanio de alto rendimiento con concentraciones incrementadas de dióxido de titanio en el polímero se concentró, lo que hace que el procesamiento aguas abajo del producto polimérico más fácil y proporciona una excelente uniformidad del producto y resistencia del cordón.

35

40

Hasta la fecha, la investigación de los lotes maestro de alto rendimiento se ha centrado en el tratamiento de superficies con compuestos hidrófobos y siempre ha incluido micronización. A pesar de la investigación significativa realizada en esta área, sigue existiendo una necesidad de mejoras en el tratamiento de superficie económico del dióxido de titanio en partículas que proporciona una mejor manipulación, dispersión y propiedades del producto final sin la necesidad de la micronización.

45

Sumario de los conceptos de la invención

50

Los conceptos inventivos divulgados y reivindicados en el presente documento se refieren, en general, a un proceso para la fabricación de concentrado polimérico. Un proceso para la carga de pigmentos en partículas en un concentrado polimérico comprende las siguientes etapas. Una solución acuosa de pH básico que tiene una sal orgánica soluble en agua se añade a un pigmento que contiene dióxido de titanio en partículas molido para formar un pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas. El pH de la solución acuosa básica es suficientemente básico que la sal orgánica soluble en agua permanece en una forma de sal. Sin una etapa de micronización previa, el pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas se mezcla con una resina polimérica para formar un concentrado polimérico que tiene de aproximadamente 50 % a aproximadamente 87 % en peso de pigmento en partículas con una capacidad de dispersión comparable a un pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas micronizado.

55

60

Descripción detallada de las realizaciones de ejemplo

Antes de explicar al menos una realización de los conceptos de la invención divulgados en el presente documento con detalle, debe entenderse que los conceptos de la invención no está limitados en su aplicación a los detalles de la construcción, experimentos, datos de ejemplo y/o la disposición de los componentes indicados en la descripción

65

siguiente o ilustrados en los dibujos. Los conceptos de la invención actualmente divulgados y reivindicados son capaces de otras realizaciones o se pueden poner en práctica o llevar a cabo de diversas maneras. Asimismo, debe entenderse que las expresiones y la terminología empleadas en el presente documento solo se usan con una finalidad descriptiva y no deben considerarse limitantes de ningún modo.

5 En la siguiente descripción detallada de realizaciones de los conceptos de la invención se exponen numerosos detalles específicos con el fin de proporcionar una comprensión más completa de los conceptos de la invención. No obstante, será evidente para los expertos en la técnica que los conceptos de la invención dentro de la divulgación se pueden poner en práctica sin estos detalles específicos. En otros casos, las características bien conocidas no se han descrito con detalle para evitar complicar innecesariamente la presente divulgación.

10 Adicionalmente, a menos que se indique expresamente lo contrario, "o" hace referencia a una inclusión o y no a una exclusión o. Por ejemplo, una condición A o B es satisfecha por una cualquiera o más de los siguientes: A es cierto (o presente) y B es falso (o no presente), A es falso (o no presente) y B es cierto (o presente) y tanto A como B son ciertos (o presentes).

15 Además, el uso de "un/uno" o "una" se emplea para describir elementos y componentes de las realizaciones del presente documento. Esto se realiza simplemente por comodidad y para proporcionar una idea general del concepto de la invención. Esta descripción deberá leerse para incluir uno o al menos uno y el singular incluye también el plural a menos que sea obvio que se entiende lo contrario.

20 Como se usa en el presente documento, cualquier referencia a "una realización" significa que un rasgo, estructura o característica concretos descritos en la convención con la realización se incluye en al menos una realización. Las apariciones de la frase "en una realización" en varios lugares en la memoria descriptiva no son necesariamente todo lo referente a la misma realización.

25 En la presente divulgación y reivindicaciones adjuntas, el término "micronización" y otras formas gramaticales de "micronización" se refieren a la molienda de energía de fluido, o molienda por chorro, en la que la reducción del tamaño de partícula se consigue mediante colisión entre las partículas que se están moliendo. La energía se suministra típicamente mediante un fluido comprimido que entra en una cámara de molienda del micronizador a una velocidad y energía altas. Los ejemplos de micronizadores son micronizadores de vapor y se aire.

30 Por último, la expresión "pigmento en partículas molido" utilizada en el presente documento y en las reivindicaciones adjuntas se define como "partículas de pigmento que no se han micronizados, pero se han molido con arena o molido con medios usando circonio u otros medios de molienda o se muelen usando otros procesos de molienda".

35 Los pigmentos en partículas se tratan especialmente cuando se usan para preparar lotes maestro de polímero de alto rendimiento. Estos lotes maestro de alto rendimiento son útiles en aplicaciones en las que la dispersión, la estabilidad térmica y la resistencia al trenzado son cruciales. La creencia actual es que el pigmento en partículas debe ser hidrófobo para lograr un buen rendimiento en las aplicaciones del mezcla maestra de plástico y que la micronización es necesaria para lograr una adecuada desaglomeración del pigmento en partículas.

40 Para mejorar la capacidad de dispersión en plásticos, se han estudiado numerosos tratamientos de superficie. Por ejemplo, la patente de Estados Unidos. N.º. 7.601.780 divulga un polvo inorgánico silanizado tratado con un ácido graso de cadena larga y la patente de Estados Unidos. N.º 6.765.041 divulga el tratamiento con fosfatos de organo-ácidos. La patente de Estados Unidos. N.º 4.810.305 divulga pigmentos hidrófobos y cargas obtenidos por tratamiento de superficie con organopolisiloxanos específicos. Los polvos inorgánicos tratadas en la superficie se micronizan antes de cargar en un concentrado polimérico.

45 El tratamiento de pigmentos en partículas con un agente de recubrimiento organosulfónico se divulga en la patente de Estados Unidos. N.º 6.646.037. El agente de recubrimiento organosulfónico se añade antes o durante la micronización utilizando vapor o aire para producir un pigmento acabado que retiene niveles altos del agente de recubrimiento organosulfónico. El pigmento micronizado resultante ha mejorado la capacidad de dispersión en plástico, pero como se ha divulgado, todavía incurre en el costo de la micronización de alta energía antes de la mezcla con la resina polimérica para formar un concentrado polimérico.

50 La patente de Estados Unidos N.º 5.837.049 divulga el tratamiento de dióxido de titanio en partículas con ácidos y ésteres alquifosfónicos. A diferencia de las sales de fosfonato, los ácidos y ésteres alquifosfónicos de los mismos no son fácilmente solubles en agua y típicamente se mezclan con un disolvente, tal como alcohol, se funden y / o se emulsionan mediante agitación rápida o adición de agentes emulsionantes. A continuación, el pigmento recubierto se procesa de forma convencional.

55 Por el contrario, se ha descubierto que el pigmento en partículas puede tratarse en superficie con una solución acuosa de pH básico que contiene una sal orgánica soluble en agua, en el que el pH es suficientemente básico para asegurar que la sal orgánica no está protonada. Sorprendentemente, el pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas resultante se puede cargar en una resina polimérica para formar una resina polimérica que

tiene de aproximadamente 50 % en peso a 87 % en peso de pigmento en partículas sin micronización previa y el concentrado polimérico resultante tiene una eficiencia de dispersión comparable a un pigmento hidrófobo en partículas micronizado de superficie tratada. Por "comparable" se quiere decir que las mediciones de la capacidad de dispersión del pigmento en el concentrado polimérico son de al menos un 90% o mejor que las mediciones de la capacidad de dispersión obtenidas después de la micronización del pigmento de superficie tratada o que tiene un recuento de dispersión de menos de 5.000 usando los procedimientos descritos en los ejemplos siguientes. Dado que la micronización es una operación de energía intensa, el proceso descrito actualmente da lugar a significativos ahorros de costes. Además, la capacidad de añadir sales de recubrimiento solubles en agua a una suspensión acuosa emulsificación da lugar a una importante simplificación del proceso.

Aunque sin desear quedar ligado por ninguna teoría en particular, se cree que la parte iónica de la molécula orgánica interacciona con la superficie del pigmento, dejando la cadena de C para cubrir la superficie del pigmento y, por lo tanto, proporcionar la hidrofobicidad que se requiere para mezclar con un polímero tal como polietileno. Además, tras el secado, la sal orgánica soluble en agua ocupa los poros y espacios entre las partículas de pigmento, lo que ayuda a su desaglomeración tras la composición y la extrusión, de tal manera que la micronización no es necesaria.

Es importante que la sal orgánica esté en forma de sal, es decir, no protonada, y soluble en agua. Los orgánicos protonados se unieron de forma diferente a la superficie de las partículas de pigmento. En una realización, la solución acuosa básica es suficientemente básica como para que pueda mantener un entorno básico y la forma de sal de la sustancia orgánica incluso después de la mezcla con un pigmento en partículas molido neutro o ácido. El pH de la solución acuosa básica se puede ajustar adicionalmente antes de o durante la adición al pigmento en partículas molido. Entre los ejemplos de reactivos adecuados para ajustar el pH se incluyen hidróxido de sodio, hidróxido de amonio, hidróxido de potasio y aminas.

Los ejemplos no limitantes de sales orgánicas solubles en agua adecuadas se incluyen sales de sulfonato, fosfato, fosfonato y fosfinato. La expresión "sal orgánica soluble en agua" se refiere tanto a las sales de ácidos orgánicos como de ácidos orgánicos que se han desprotonado mediante la adición de una base, haciendo que la sustancia orgánica se convierta en una forma de sal.

En una realización, la sal orgánica soluble en agua comprende una sal sulfonato; es decir, una sal de ácido organosulfónico, que puede estar representada por la fórmula: $(R-SO_3)_x M^{x+}$ en la que $x = 1, 2, 3$ o 4 ; M es ion de sodio, potasio, amonio, amonio orgánico u otro ion metálico con una valencia de $+1, +2, +3$ o $+4$; y R es un grupo hidrocarburo que tiene de 2 a 22 átomos de carbono. R puede ser saturado, insaturado, ramificado, lineal o cíclico. Entre los ejemplos no limitantes de grupos de hidrocarburo adecuados se incluyen, etil-, propil-, butil-, isobutil-, butil-terciario, pentilo, hexilo, heptil-, octil-, 2-etihexil-, decil-, dodecil- y similares. Entre los ejemplos no limitantes de iones metálicos adecuados se incluyen $Na^{1+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Al^{3+}$ y Ti^{4+} .

En una realización, la sal orgánica soluble en agua se prepara mediante sulfonación de olefinas C14-C16. La composición orgánica soluble en agua resultante consiste principalmente en sulfonatos de alqueno de sodio y sulfonatos de hidroxialcano de sodio. Entre los ejemplos no limitantes de una sal orgánica soluble en agua adecuada se incluyen α -olefinasulfonato de sodio (AOS), tal como un alquenosulfonato de sodio C14-C16 y / o hidroxialcanosulfonato de sodio.

En otra realización, la sal orgánica soluble en agua comprende una sal de fosfonato, tal como un organofosfonato de sodio o alquilfosfonato de sodio. Por ejemplo, la sal de fosfonato orgánico soluble en agua puede estar representada por la fórmula química: $R-PO(O^-)_2(M^{+2/x})_x$, en la que M se selecciona del grupo que consiste en amonio, iones de amonio orgánico e iones metálicos con una valencia de $+1$ o $+2$. En esta fórmula, x es 1 o 2, y R es un grupo hidrocarburo que tiene de 2 a aproximadamente 22 átomos de carbono.

En una realización, la cantidad de sal orgánica soluble en agua mezclada con el pigmento en partículas es de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 20 % en peso, basado en el peso del pigmento en partículas. En otra realización, el pigmento en partículas recubierto con sustancia orgánica seca incluye de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 5,0 % de sal orgánica soluble en agua, basándose en el peso del pigmento en partículas. En aún otra realización, los pigmentos en partículas recubiertos con sustancias orgánicas secos incluyen de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 2,0 % de sal orgánica soluble en agua.

El pigmento en partículas puede comprender dióxido de titanio, óxido de cinc, caolín, talco, mica y similares. En una realización, el pigmento en partículas comprende dióxido de titanio. El dióxido de titanio se fabrica comercialmente mediante el procedimiento de sulfato para producir anatasa o dióxido de titanio rutilo, o el proceso de cloruro para producir dióxido de titanio rutilo. En el proceso del cloruro, el dióxido de titanio se puede obtener de un oxidante, donde el tetracloruro de titanio se hace reaccionar con oxígeno en un reactor de alta temperatura, seguido de un enfriamiento rápido para proporcionar el tamaño de partícula de pigmento deseado. Convencionalmente, la descarga del oxidante se mezcla con agua para formar una suspensión que se procesa a continuación, en las etapas posteriores, tales como molienda en húmedo y, opcionalmente, un tratamiento de superficie en húmedo que puede dejar una superficie hidrófila. Si la superficie hidrófila no se modifica para convertirse en hidrófoba, el pigmento

puede tener una mala capacidad de dispersión en plásticos. Las etapas de procesamiento son bien conocidas para los expertos en la técnica.

5 El tamaño de partícula puede variar de aproximadamente 0,001 micrómetros a aproximadamente 20 micrómetros. Para los sólidos inorgánicos en partículas utilizados específicamente para los propósitos de pigmentación, el tamaño promedio de partícula varía de aproximadamente 0,1 micrómetros a aproximadamente 0,5 micrómetros. Generalmente, cuando el sólido inorgánico en partículas es dióxido de titanio en forma de pigmento, el tamaño promedio de partícula está en el intervalo de 0,15 micrómetros a 0,35 micrómetros. Cuando el sólido inorgánico en partículas es dióxido de titanio transparente, el tamaño promedio de partícula es, típicamente, de aproximadamente 10 0,01 a 0,15 micrómetros, mientras que los sólidos en nanopartículas o ultrafinos pueden tener un tamaño de partícula primaria promedio en el intervalo de aproximadamente 0,001 micrómetros hasta aproximadamente 0,1 micrómetros. Cuando la forma de sólido inorgánico en partículas es aproximadamente esférica, estas mediciones representan el diámetro. Cuando la forma de sólido inorgánico en partículas es acicular o no esférica, estas mediciones representan la medición de la dimensión más larga.

15 En una realización, se añade la solución acuosa de pH básico de la sal orgánica soluble en agua a una alimentación en seco de pigmentos en partículas, directamente al secador, o a la descarga del secador en partículas. Ejemplos no limitantes de secadores adecuados incluyen un secador de pulverización y un secador rotatorio instantáneo. En una realización relacionada, una suspensión de pigmento en partículas se filtra antes de alimentar al secador. La solución acuosa de pH básico de sal orgánica soluble en agua se añade a la torta del filtro, basándose en la atracción de la sal orgánica para la superficie de las partículas para obtener una buena cobertura de la superficie. Como alternativa, la torta y la solución acuosa de pH básico de la sal orgánica soluble en agua se pueden mezclar usando, por ejemplo, un mezclador de cuerpo en V.

25 El dióxido sin moler de titanio de base sin moler incluye producto de descarga de dióxido de titanio crudo del reactor de oxidación en el proceso de cloruro o del calcinador en el proceso de sulfato, en el que se produjo, que no se ha sometido a ninguna etapa de procesamiento intermedio que sustancialmente pica, tritura o muele el producto de descarga. La molienda puede llevarse a cabo en la medida necesaria para romper los agregados sobredimensionados y para dispersar las partículas. A menudo se utiliza un molino vertical u horizontal, tal como un molino de arena, molino de circonio o un molino de medio horizontal. Estos procesos de molienda, así como otros procesos de molienda adecuados, son familiares para los expertos en la técnica y se distinguen de los procesos de micronización mucho más intensos en cuanto a la energía en que los medios se utilizan para romper los agregados.

30 En una realización, el pigmento en partículas se muele en húmedo en un molino de medio vertical u horizontal y una solución de pH básico de la sal orgánica soluble en agua se mezcla con el pigmento en partículas, antes, durante o después del proceso de molienda. En otra realización, el pigmento en partículas se mezcla con la solución de pH básico de la sal orgánica soluble en agua en un dispositivo de mezcla antes o después del proceso de molienda.

35 El dióxido de titanio de base molido puede tratarse con óxidos metálicos, tales como óxido de aluminio, dióxido de silicio, óxido de circonio, fosfato y similares, usando cualquier proceso conocido por los expertos en la técnica, antes del tratamiento con la sal orgánica soluble en agua. Por ejemplo, también se puede elegir tratar el pigmento en partículas molido con fosfatos inorgánicos o combinaciones de fosfatos inorgánicos y óxidos metálicos. Adicionalmente, el dióxido de titanio en partículas puede tratarse secundariamente con polialcoholes, tales como trimetiloetano y trimetilopropano o alcanolaminas, tales como trietanolamina posterior a la adición de la sal orgánica soluble en agua. Además, se puede elegir tratar con combinaciones o mezclas de los compuestos mencionados anteriormente.

40 Opcionalmente, se añade un compuesto orgánico hidrófobo al pigmento en partículas junto con, o secuencialmente a, la adición de la solución acuosa de pH básico de la sal orgánica soluble en agua. Por ejemplo, se pueden añadir ácidos fosfóricos orgánicos hidrófobos, silanos, y / o ácidos fosfónicos al pigmento antes de, durante, o después de la etapa de secado. En una realización, se añade el compuesto orgánico hidrófobo en cantidades de 0,05 % y superiores en base al peso de dióxido de titanio.

45 La alúmina se añade a menudo comercialmente al pigmento de dióxido de titanio seco como auxiliar de transporte. Sin embargo, se cree que la alúmina es perjudicial para los pigmentos en partículas en algunas aplicaciones de plásticos, ya que tiende a absorber la humedad y causar trezado en aplicaciones de películas poliméricas extruidas. Por lo tanto, en una realización, se añade un compuesto orgánico hidrófobo o sal orgánica sin agua al pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas como auxiliar del transporte y se evita la adición de alúmina.

50 A diferencia del procesamiento convencional que requiere micronización, el pigmento en partículas recubierto con sustancia orgánica seco, sin haber sido objeto de una etapa de micronización, se combina directamente con una resina polimérica para formar una matriz de polímero. Por lo tanto, en una realización, se descarga pigmento de dióxido de titanio en partículas recubierto con sustancia orgánica de un secador, por ejemplo un secador por pulverización o secador de rotación ultrarrápido, y se combina directamente con una resina polimérica para formar una matriz de polímero. La frase "matriz polimérica" frase refiere a la sustancia que comprende la resina polimérica y

el pigmento en partículas recubierto con sustancia orgánica seco. La eliminación de la etapa de micronización antes de la composición con la resina polimérica es única y permite ahorros de costes significativos.

5 Los tipos de polímeros adecuados incluyen cloruro de polivinilo, poliuretanos, polisulfonas, poliimidadas, poliésteres y poliésteres clorados, polioxietilenos, compuestos fenólicos, resinas alquídicas, resinas amino, resinas epoxi, resinas fenoxi y resinas de acetal. Otras resinas poliméricas que pueden ser de uso incluyen, pero no están limitados a, copolímeros de etileno con alfa-olefinas que contienen de 4 a 12 átomos de carbono o acetato de vinilo, homopolímeros de vinilo, homopolímeros y copolímeros acrílicos, poliamidas, policarbonatos, poliestireno, acrilonitrilo-butadieno-estirenos y poliéteres. Los procedimientos para la combinación del pigmento en partículas con
10 polímeros son bien conocidos para los expertos en la materia.

En una realización, la resina polimérica es una poliolefina, tal como polietileno, polipropileno y polibutileno. En otra realización, la resina polimérica es polietileno.

15 El pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas puede combinarse con la resina polimérica utilizando una carga de hasta aproximadamente 87 % en peso, en base al peso de la matriz polimérica. En una realización, se prepara una carga de pigmento en partículas recubierto con sustancia orgánica de aproximadamente 50 % a aproximadamente 87 % en peso basándose en el peso de la matriz polimérica. Esta carga se puede usar como una mezcla maestra . Con "mezcla maestra " se entiende que se refiere en el presente documento a una mezcla
20 concentrada de pigmento en partículas en polímero. El pigmento se prepara habitualmente una forma mezcla maestra para proporcionar un pigmento concentrado libre de polvo de composición conocida con una capacidad de dispersión mejorada en el polímero al que se añadió la mezcla maestra . Los procedimientos para crear una mezcla maestra de pigmento en partículas son conocidos o fácilmente conocidos por los expertos en la materia. Por ejemplo, la mezcla maestra puede crearse mediante la combinación del pigmento en partículas recubierto con
25 sustancia orgánica y la resina polimérica usando un mezclador Banbury Mixer BR.

Con el fin de ilustrar adicionalmente la presente invención, a se proporcionan los siguientes ejemplos. No obstante, debe entenderse que los ejemplos son para fines ilustrativos únicamente y no deben interpretarse como limitantes del alcance de la invención.

30

Ejemplos

Mediante el uso de un aparato de extrusión de laboratorio a pequeña escala, se obtuvo una medida de dispersión de pigmento de dióxido de titanio en polímeros orgánicos midiendo la cantidad relativa de pigmento atrapado en los
35 tamices de los paquetes de pantalla extrusora. Se realizaron pruebas usando concentrados de TiO₂ al 75 % en polietileno de baja densidad preparado usando un mezclador Haake 3000 Rheomix. mezclador se controló y monitorizó con un reómetro Haake 9000 Rheocord Torque. 337,7 gramos de TiO₂ micronizado y 12,6 gramos de NA209 LDPE fabricado por Equistar se mezclaron en seco y se añadieron a una cámara de mezclado a 75 °C con rotores que funcionan a 50 rpm de mezclado. La temperatura del mezclador se programó para aumentar a 120 °C un
40 minuto después de introducir la mezcla seca en la cámara de mezcla. Después de alcanzar una mezcla de estado estacionario, el compuesto se mezcló durante 3 minutos adicionales. El compuesto se retiró de la cámara y se granuló utilizando una trituradora de Cumberland.

45 Las pruebas de dispersión se llevaron a cabo usando un solo tornillo Killom, modelo KL-100 equipado con un tornillo de 20:1 de longitud:diámetro. La extrusora se precalentó a 330°, 350 °, 390 ° y 380 °F desde la zona 1 a la matriz, respectivamente, y se hizo funcionar a 70 rpm. Una purga de 1.000 gramos de NA952 LDPE fabricado por Equistar se realizó a través del sistema y se instaló un nuevo tamiz. El tamiz consistió en tamices de 40/500/200/100 de malla desde la matriz a la garganta del extrusor. Después de la estabilización de la temperatura, 133.33 gramos de concentrado de TiO₂ al 75 % granulada se alimentó en la extrusora. A esto le siguieron 1500 gramos de purga de
50 NA952 a media que la tolva de alimentación vaciaba. Una vez extruida la purga de LDPE, los tamices se retiraron, se separaron y se analizaron utilizando una técnica de recuento relativa a partir de las mediciones de un espectrómetro de fluorescencia de rayos X. Se obtuvo el número de recuentos de TiO₂ por segundo para los tamices de malla 100, 200 y 500 en el tamiz se totalizó para obtener el resultado de la dispersión. Un resultado del recuento de menos de 5.000 se considera que representa una dispersión excelente.

55

La densidad aparente se midió utilizando un cilindro graduado colocado sobre la balanza y tarado. Un embudo se colocó en la parte superior del cilindro graduado y se añadió pigmento sin agitación, golpeo o alteración del cilindro graduado. El cilindro graduado se llenó hasta el volumen más alto y se registró el volumen de pigmento en el cilindro graduado. Con una alteración mínima, la probeta graduada se colocó sobre la balanza y se registró el peso del
60 pigmento en el cilindro. El cilindro se cargó y se fijó en una máquina Copely JV 2000. La máquina Copely JV 2000 se accionó durante 5 minutos, después de lo cual se registró el volumen del pigmento en el cilindro.

Ejemplo 1 – Molturación ácida

65 Una suspensión de descarga oxidante de TiO₂ de tono neutro o azul, con pH de 3,2 a 4,0 y una densidad de entre 400 y 900 g / l, se molió con arena durante 20 a 80 minutos. El pH de la suspensión resultante se ajustó a 6,5 con

una solución cáustica al 50 % ,y después, la suspensión se trató con 1,25 % de Calsoft® AOS-40, basado en el peso de TiO₂. El Calsoft® AOS-40 orgánico soluble en agua es un sulfonato de alfa-olefina (C14-16) de sodio producido por Pilot Chemical Co. Esta mezcla de sales de sulfonato de cadena larga se prepara mediante sulfonación de alfa-olefinas C14-16 y consiste principalmente en alquenosulfonatos de sodio e hidroxialcanosulfonatos de sodio.

5 Después de la adición AOS, se espera que el pH esté entre 7,0 y 9,5. La suspensión se secó por pulverización en una manera oportuna utilizando un secador de GEA Niro MOBILE MINOR™, una boquilla de pulverización de mezcla interna GEA Niro, una temperatura de entrada de 330 °C y un flujo de aire de atomización de 3,69 kg / h.

El flujo de pigmento se ajustó para mantener una temperatura entre 115 °C y 119 °C en la salida del secador por pulverización. La descarga inferior y las muestras de ciclones finales se mezclaron juntos y se analizaron como un producto final. Los resultados se muestran en la Tabla 1 a continuación y se comparan con un pigmento de calidad de plástico micronizado estándar Tiona®188 preparado como se describe en la sección de ejemplos comparativos. Como se puede ver, las propiedades del producto del pigmento molido con ácido tratado con una sal orgánica soluble en agua y sin micronización son equivalentes o mejores que los de un pigmento de calidad de plástico micronizados estándar.

10

15

Tabla 1

Molienda ácida	Molienda con arena	Dispersión	Densidad aparente	
Tono neutro	(min)	Recuentos	Suelta	Compacta
Prueba 1	40	219	0,83	1,16
Prueba 2	40	215	0,82	1,15
Prueba 3	40	279	0,83	1,17
Prueba 4	40	268	0,87	1,17
Prueba 5	40	678	0,98	1,35
Prueba 6	160	458	0,95	1,29
Tiona®188		644	0,74	0,87

Ejemplo 2 – Molienda básica

Usando procedimientos similares al Ejemplo 1, el pH de la suspensión de la descarga oxidante se ajustó con mezcla de Calgon / sosa cáustica a pH 9 - 11 antes de la molienda con arena. A continuación, el pH de la suspensión espesa molida con arena molida se redujo a aproximadamente 6,5 con 50 % de HCl y se siguió el tratamiento anterior y los procedimientos de secado del Ejemplo 1.

20

25

Los resultados se muestran en la Tabla 2 a continuación y se comparan con un pigmento de calidad de plástico micronizado estándar Tiona®188 preparado como se describe en la sección de ejemplos comparativos. Como se puede ver, las propiedades del producto de pigmento molido con base tratado con una sal orgánica soluble en agua son casi equivalentes a las de un pigmento de calidad de plástico micronizado estándar, pero con un ahorro significativo de costes debido a la omisión de la etapa de micronización.

30

Tabla 2

Molienda básica	Molienda con arena	Dispersión	Densidad aparente	
Tono azul	(min)	Recuentos	Suelta	Compacta
Prueba 1	40	722	0,81	1,09
Prueba 2	40	863	0,81	1,11
Prueba 3	40	888	0,78	1,08
Tiona®188		651	0,75	0,83

A partir la descripción anterior, es evidente que los conceptos de la invención divulgados en el presente documento están bien adaptados para llevar a cabo los objetos y alcanzar las ventajas mencionadas en el presente documento, así como los inherentes a los conceptos de la invención divulgados en el presente documento. Mientras que las realizaciones de ejemplo de los conceptos de la invención divulgados en el presente documento se han descrito para los propósitos de esta descripción, se entenderá que se pueden realizar numerosos cambios que sugieren fácilmente a los expertos en la técnica y que se llevan a cabo sin apartarse del alcance de la conceptos de la invención divulgados en el presente documento y se definen por las reivindicaciones adjuntas.

35

40

Reivindicaciones

1. Un proceso para la carga de pigmentos en partículas en un concentrado polimérico, comprendiendo el proceso las etapas de:

- 5 (a) añadir una solución acuosa de pH básico que comprende una sal orgánica soluble en agua se añade a un pigmento que comprende dióxido de titanio en partículas molido para formar un pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas; y
 (b) sin una etapa de micronización previa, mezclar el pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas con una resina polimérica para formar un concentrado polimérico que tiene de aproximadamente 50 % a
 10 aproximadamente 87 % en peso de pigmento en partículas con una capacidad de dispersión comparable a un pigmento en partículas recubierto con sustancias orgánicas micronizado.

2. El proceso de la reivindicación 1, en el que el pH de la solución acuosa básica es suficientemente básico para mantener la sal orgánica soluble en agua en una forma de sal antes y después de la adición al pigmento en
 15 partículas molido.

3. El proceso de la reivindicación 1, en el que la sal orgánica soluble en agua comprende al menos uno del grupo que consiste en una sal de sulfonato, una sal de fosfato, una sal de fosfonato, y una sal de fosfinato.

20 4. El proceso de la reivindicación 1, en el que la sal orgánica soluble en agua comprende una sal de sulfonato que tiene la fórmula:



25 en la que $x = 1, 2, 3$ o 4 ,
 M se selecciona del grupo que consiste en amonio, iones de amonio orgánico e iones metálicos con una valencia de $+1, +2, +3$, o $+4$, y
 R es un grupo orgánico que tiene de 2 a 22 átomos de carbono, preferentemente R comprende alfa-olefina de
 30 C14 a C16.

5. El proceso de la reivindicación 4, en el que la sal orgánica soluble en agua comprende al menos una alfa-olefina sulfonato de sodio.

35 6. El proceso de la reivindicación 1, en el que la sal orgánica soluble en agua comprende al menos uno del grupo que consiste en fosfato, fosfonato, y sales de fosfinato, preferentemente la sal orgánica soluble en agua comprende al menos un organofosfonato de sodio.

7. El proceso de la reivindicación 1, en el que la sal orgánica soluble en agua comprende una sal de fosfonato que tiene una fórmula $R-PO-(O^-)_2 (M^{2/x})_x$, en la que M se selecciona del grupo que consiste en amonio, iones de
 40 amonio orgánico e iones metálicos con una valencia de $+1$ o $+2$, x es 1 ó 2, y R es un grupo hidrocarburo que tiene de 2 a 22 átomos de carbono.

8. El proceso de la reivindicación 1, en el que la sal orgánica soluble en agua se añade al pigmento en partículas en una cantidad de aproximadamente 0,1 % a aproximadamente 20 % basado en el peso del pigmento en partículas.
 45

9. El proceso de la reivindicación 1, en el que el dióxido de titanio se obtiene a partir de un oxidante de un proceso de cloruro para la producción de dióxido de titanio.

10. El proceso de la reivindicación 9, que comprende además la etapa de secar el pigmento en partículas molido en un secador de pigmento y el pH de la solución acuosa básica de sal orgánica soluble en agua se añade a al menos una de una alimentación del secador pigmento y una descarga de la secadora de pigmento, preferentemente el
 50 secador de pigmento se selecciona de un secador por pulverizador y un secador rotatorio ultrarrápido.

11. El proceso de la reivindicación 1, que además comprende la etapa de: añadir un agente de recubrimiento orgánico hidrófobo al pigmento en partículas molido antes, junto con, o después de la etapa de adición de una
 55 solución acuosa de pH básico de una sal orgánica soluble en agua al pigmento en partículas molido.

12. El proceso de la reivindicación 1, en el que el concentrado polimérico comprende pigmento en partículas en una cantidad de aproximadamente 65 % a aproximadamente 87 % en peso del concentrado polimérico.
 60

13. El proceso de la reivindicación 1, en el que la resina polimérica se selecciona del grupo que consiste en poliolefinas, cloruros de polivinilo, poliuretanos, polisulfonas, poliimidias, poliésteres y poliésteres clorados, polioxietilenos, fenólicos, resinas alquídicas, resinas amino, resinas epoxi, resinas fenoxi, resinas de acetal, y poliestirenos.
 65

14. El proceso de la reivindicación 1, en el que la resina polimérica comprende una poliolefina seleccionada del

grupo que consiste en polietileno, polipropileno y polibutileno.

15. El proceso de la reivindicación 1, en el que la resina polimérica comprende polietileno, preferentemente el concentrado polimérico comprende pigmento en partículas en una cantidad de aproximadamente 65 % a 5 aproximadamente 87 % en peso del concentrado polimérico.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65