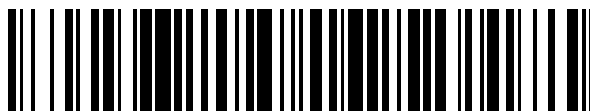


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 688 174**

51 Int. Cl.:

C09C 3/04	(2006.01)	C09C 1/24	(2006.01)
C04B 20/12	(2006.01)	C04B 18/02	(2006.01)
C09C 1/04	(2006.01)	C09D 17/00	(2006.01)
C09C 1/34	(2006.01)	C08K 5/00	(2006.01)
C09C 1/36	(2006.01)	C08L 95/00	(2006.01)
C09C 1/56	(2006.01)	C09D 7/41	(2008.01)
C09C 1/58	(2006.01)	C09D 7/62	(2008.01)
C09C 3/00	(2006.01)	C04B 20/10	(2006.01)
C09C 3/06	(2006.01)	C08K 3/22	(2006.01)
C09C 3/08	(2006.01)	C09D 7/40	(2008.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.03.2007** **E 07006342 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.08.2018** **EP 1845137**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de granulados de pigmento y su uso**

30 Prioridad:

10.04.2006 DE 102006017109

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

31.10.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**FRIEDRICH, HOLGER, DR. ;
BÜTJE, KAI, DR. y
HOLTMANN, UDO, DR.**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 688 174 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

Procedimiento para la preparación de granulados de pigmento y su uso

5 La presente invención se refiere a granulados de pigmento así como a un procedimiento para su preparación y a su uso.

10 El procesamiento de granulados de pigmento requiere para la obtención de la impresión de color óptima una molienda de los pigmentos para dar partículas primarias. Los polvos producidos debido a ello desprenden polvo muy intensamente y tienden debido a su finura a la adhesión y se pegan en instalaciones de dosificación. En caso de sustancias toxicológicamente peligrosas deben tomarse medidas por tanto durante el procesamiento para evitar un riesgo para seres humanos y el medioambiente mediante los polvos producidos. Sin embargo también en caso de sustancias inertes inocuas, tales como por ejemplo pigmentos de óxido de hierro, es deseable de manera creciente por el mercado una evitación de molestia por polvo.

15 La evitación de polvo y la dosificación mejorada debido a las buenas propiedades de flujo para la obtención de una impresión de color cualitativamente uniforme en caso de aplicación en materiales de construcción y medios orgánicos es por tanto el objetivo en el manejo con pigmentos. Este objetivo se consigue más o menos aplicando procedimientos de granulación sobre pigmentos. A este respecto se aplican por ejemplo la granulación por formación o por pulverización. En los últimos años se han podido introducir sin embargo también de manera creciente granulados por briqueteado y prensado en el mercado. Entretanto estos granulados tienen gran éxito comercial.

25 Básicamente se requieren en caso de pigmentos por el mercado dos propiedades en dirección opuesta en caso del uso de granulados de pigmento: estabilidad mecánica del granulado y buenas propiedades de dispersión en el medio usado. La estabilidad mecánica es responsable de buenas propiedades de transporte tanto en el transporte entre el fabricante y el usuario como también de buena dosificación y propiedades de flujo en caso del uso de los pigmentos. Ésta se produce mediante altas fuerzas adhesivas y depende por ejemplo de la cantidad de aglutinante o también de la presión de prensado durante la conformación. Por otro lado se ve influida la capacidad de dispersión mediante una buena molienda antes de la granulación (molienda en húmedo y seco), mediante la energía mecánica durante la incorporación (fuerzas de cizallamiento) y mediante coadyuvantes de dispersión que disminuyen inmediatamente las fuerzas adhesivas en el granulado seco durante la incorporación en un medio. Sin embargo, en el caso de pigmentos está limitada la aplicación de cantidades más grandes de coadyuvantes de dispersión debido a la relación de costes de coadyuvante/pigmento. Además, una alta proporción de coadyuvante provoca una correspondiente disminución de la intensidad de color o bien de la capacidad de dispersión. Dado que las oscilaciones de intensidad de color por ejemplo en la coloración de materiales de construcción se encuentran en general por debajo del $\pm 5\%$, está limitado también el uso de aditivos, incluso cuando éstos actúan al mismo tiempo como agentes adherentes y coadyuvantes de dispersión. Tampoco los aditivos deben modificar de manera desventajosa las propiedades de uso de los productos finales, tal como por ejemplo materiales de construcción, plásticos y lacas, por ejemplo en caso de hormigón la resistencia a la presión o el comportamiento de solidificación, en caso de asfalto la resistencia a la presión o resistencia al desgaste y en caso de plásticos la resistencia o la resistencia al choque en la probeta entallada, en caso de elastómeros (polímeros) las propiedades elásticas y en caso de pinturas y lacas las propiedades reológicas.

45 Según el estado de la técnica se tienen en cuenta como procedimientos de preparación para granulados de pigmento, por ejemplo, la granulación por pulverización (secado por pulverización por medio de disco o boquilla) en el procedimiento de corriente directa o de contracorriente y la granulación de formación (mezcladora, granuladora en lecho fluidizado, plato o bien tambor) o procedimientos de compactación.

50 La granulación por secado por pulverización se basa en suspensiones de pigmento usando aglutinantes. Los correspondientes procedimientos se han descrito en distintos derechos de protección. A este respecto se usan aglutinantes predominantemente solubles en agua. Así se parte en los documentos DE 3 619 363 A1, EP 0 268 645 A1 y EP 0 365 046 A1 de sustancias orgánicas tal como por ejemplo ligninsulfonatos, condensados de formaldehído, ácidos glucónicos, poliglicoléteres sulfatados, mientras que de acuerdo con los documentos DE 3 918 694 A1 y US 5.215.583 A1 se parte de sales inorgánicas tal como por ejemplo silicato y fosfato. También se ha descrito una combinación de granulación por pulverización y formación en el documento EP 0 507 046 A1. En los documentos DE 3 619 363 A1 y EP 0 268 645 A1 se excluye el uso de un procedimiento de compactación.

60 En los documentos EP 0 257 423 A1 y DE 3 841 848 A1 se describe la granulación por pulverización usando poliorganosiloxanos como aditivos hidrófobos, lipófilos. La secadora por pulverización mencionada conduce en general a tamaños de partícula pequeños y alta proporción fina. Esto significa que una proporción esencial del material procedente de la secadora no se obtiene como granulado que pueda usarse directamente, sino que se retiene como proporción fina en primer lugar en el filtro y entonces debe reconducirse al proceso. El tratamiento posterior hidrofobizante conduce en caso de productos granulados por pulverización a un granulado que fluye muy bien, sin embargo que desprende extraordinariamente mucho polvo.

65

5 El documento EP 0 424 896 A1 divulga la preparación de granulados finos con bajo contenido de polvo en un ciclo de preparación en mezcladoras intensivas conocidas. Se usa según esto un bajo contenido de ceras en combinación con emulsionantes y agentes humectantes mediante aplicación de una dispersión acuosa. A este respecto se obtienen en general contenidos de agua del 20 % hasta por encima del 50 %. Estos granulados deben secarse en primer lugar y separarse del grano superior e inferior.

10 El documento DE 31 32 303 A1 describe granulados de pigmento inorgánicos que pueden fluir, con bajo contenido de polvo, que se mezclan con aglutinantes que se vuelven líquidos con acción de calor (de 40 a 60 °C) y se granulan mediante un proceso de tamizado usando medio auxiliar de tamizado (presión). A este respecto se produce aproximadamente del 10 % al 20 % del rendimiento como proporción fina < 0,1 mm.

15 Por el documento EP 0 144 940 A1 se deducen granulados de pigmento con bajo contenido de polvo, que partiendo del lodo del filtro se mezclan con aproximadamente el 50 % de agua mediante adición del 0,5-10 % de sustancias tensioactivas y adicionalmente aceite mineral o ceras que se vuelven líquidas a de 50 °C a 200 °C hasta obtener el punto de lubricación. El proceso se realiza en mezcladoras intensivas, eventualmente se granula aún posteriormente y se seca posteriormente. En el producto final se encuentra agua en una cantidad del 10 % al 15 %, lo que es desventajoso para la incorporación en plásticos.

20 También otros procedimientos están limitados en su aplicación. La granulación por pulverización requiere, debido a la formación de gotas, el uso de suspensiones que pueden fluir bien, o sea muy fluidas. Para el proceso de secado puede evaporarse por consiguiente una cantidad de agua más grande que en el caso de secado en lecho fluidizado que puede usarse con frecuencia de pastas de filtro de pigmento altamente prensadas. Esto conduce a costes de energía más altos. En caso de pigmentos preparados previamente mediante calcinación significa la granulación por pulverización una etapa de procedimiento adicional con altos costes de energía. Además se produce en la granulación por pulverización una proporción más o menos gruesa de material fino en el filtro de polvo, que debe reconducirse de nuevo a la producción.

25 En el documento DE 28 44 710 A1 se describe la granulación de pigmentos en el lecho fluido con coadyuvantes de granulación, pulverizándose polvo de pigmento seco con agua.

30 La granulación por formación presenta con frecuencia también inconvenientes. Ésta puede realizarse – partiendo de polvo de pigmento – en mezcladoras con elevada turbulencia, en el procedimiento de lecho fluidizado o también mediante granulación en plato y tambor. Todos estos procedimientos tienen en común que la necesidad de aglutinante, en la mayoría de los casos agua, es grande de modo que como etapa de procedimiento adicional debe seguir un secado. También se obtienen según esto granulados de distinto tamaño, en particular, cuando no está a disposición de manera suficiente el aglutinante para la cantidad de polvo o no es óptima la distribución actual. Entonces puede volverse demasiado grande una cierta proporción como granulado, mientras que por otro lado se encuentran proporciones demasiado pequeñas y con ello aún que levantan polvo. Por lo tanto es necesaria una clasificación de los granulados producidos con un retorno de grano superior e inferior.

35 40 La granulación en plato conduce a un amplio espectro de tamaño de partícula de granulados. Donde esto no sea deseable debido a la mala capacidad de dispersión para dar partículas grandes, debe seguirse mediante control personal intensivo el proceso de granulación y debe optimizarse la preparación de granulado mediante control manual de la cantidad de germen. Habitualmente se realiza también según esto una clasificación con reconducción del grano superior e inferior.

45 Por el documento DE 42 14 195 A1 se conoce un procedimiento para la coloración de asfalto con granulados de pigmento inorgánicos, en el que se usan aceites como aglutinante. Según esto se trata de un procedimiento de granulación sencillo.

50 En los documentos DE 196 38 042 A1 y DE 196 49 756 A1 se describen granulados de pigmento inorgánicos a partir de pigmentos secos, por ejemplo material de acabado, mediante mezclado con uno o varios coadyuvantes, compactación y otras etapas posteriores tales como trituración, tamizado y reconducción de material grueso y/o fino. En la etapa de compactación se compacta con fuerzas lineales de 0,1 a 50 kN/cm. Los granulados obtenidos pueden envolverse con una capa adicional, que sirve para aumentar la estabilidad o bien como medio auxiliar en el procesamiento.

55 60 En el documento EP 1074599 A1 se describen granulados de pigmento que están constituidos por un núcleo y al menos una capa exterior granulada, estando constituido el núcleo por un pigmento inorgánico (carbonato de calcio) y/o un colorante orgánico y la capa exterior por un colorante orgánico o inorgánico fluorescente. El documento EP 1074599 A1 no divulga sin embargo para la capa exterior pigmentos orgánicos del grupo de los pigmentos azoicos, de quinacridona, de ftalocianina y de perileno e indigoides o pigmentos inorgánicos del grupo de óxidos de hierro u óxidos de cromo.

65 En los documentos DE 4 336 613 A1 y DE 4 336 612 A1 se describen granulados de pigmento inorgánicos a partir de pigmentos secos, por ejemplo material de acabado, mediante mezclado con aglutinantes, compactación y otras

etapas posteriores tal como trituración en un granulador con tamiz y una posterior granulación por formación en un plato giratorio o en un tambor giratorio. En la etapa de compactación se compacta con fuerzas lineales de 0,1 a 15 kN/cm.

5 Los granulados preparados de acuerdo con la enseñanza de los documentos DE 196 38 042 A1, DE 196 49 756 A1, DE 4 336 613 A1 y DE 4336612 A1 contienen sólo el o los coadyuvantes que se añadieron en la primera etapa de procedimiento al polvo de pigmento. Incluso cuando las partículas de granulado se envuelven con una capa adicional, contienen éstas en su interior únicamente el o los coadyuvantes que se añadieron en la primera etapa de procedimiento al polvo de pigmento. Las partículas de granulado están formadas en su interior de una mezcla homogénea de pigmento y coadyuvante(s). Sin embargo se sabe que coadyuvantes que en un medio de aplicación conducen a capacidad de dispersión muy buena o a una mejora de las propiedades de producto, en otro medio de aplicación pueden ser ampliamente menos eficaces, eventualmente puede observarse incluso una incompatibilidad. Así pueden ser ventajosos por ejemplo coadyuvantes fuertemente hidrófobos en la incorporación en plásticos o asfalto, mientras que en la incorporación en pinturas de dispersión acuosas o en la preparación de suspensiones acuosas conducen a dificultades, dado que los granulados se humedecen por agua sólo muy mal. Por este motivo, los granulados preparados según la enseñanza de los documentos DE 19 649 756 A1, DE 4336 613 A1 y DE 4 336 612 A1 no son adecuados simultáneamente igual de bien para todos los medios de aplicación. En la preparación debían añadirse por tanto varios coadyuvantes, que permitieran en todos los medios de aplicación una procesabilidad lo más buena posible. Esto es desde el punto de vista económico poco práctico, además pueden producirse incompatibilidades recíprocas mediante la multiplicidad de los distintos aditivos. Cuando se preparan granulados a partir de mezclas de pigmentos de acuerdo con la enseñanza de los documentos DE 19 649 756 A1, DE 4 336 613 A1 o DE 4 336 612 A1, se muestra otro inconveniente de estos procedimientos de granulación. Debe prepararse en primer lugar una mezcla de los distintos pigmentos, que se mezcla entonces con aglutinantes y otros coadyuvantes y se procesa posteriormente.

25 Por tanto, el objetivo de la presente invención era facilitar un procedimiento que evitara los inconvenientes descritos hasta ahora de la granulación por compactación en su uso en pigmentos inorgánicos u orgánicos y facilitara granulados suficientemente estables, que pudieran dosificarse, con bajo contenido de polvo de buena capacidad de dispersión en distintos medios de aplicación.

30 Este objetivo se consiguió mediante granulados de pigmento para la coloración de materiales de construcción que están constituidos por un núcleo prensado o briqueteado y al menos una capa exterior aplicada por granulación, en los que

35 a) el núcleo contiene al menos un pigmento orgánico seleccionado del grupo de los pigmentos azoicos, de quinacridona, de ftalocianina y de perileno e indigoides o al menos un pigmento inorgánico seleccionado del grupo de óxidos de hierro u óxidos de cromo o mezclas de los mismos así como al menos un coadyuvante y

40 b) la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación contienen al menos un pigmento orgánico – eventualmente prensado o briqueteado – seleccionado del grupo de los pigmentos azoicos, de quinacridona, de ftalocianina y de perileno e indigoides o pigmento inorgánico seleccionado del grupo de óxidos de hierro u óxidos de cromo o mezclas de los mismos y la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación contienen en cada caso al menos un coadyuvante y

45 c) en la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación

1) está presente al menos otro coadyuvante distinto que en el núcleo prensado o briqueteado o

50 2) está presente al menos otro pigmento orgánico o inorgánico distinto que en el núcleo prensado o briqueteado y está presente al menos otro coadyuvante distinto que en el núcleo prensado o briqueteado.

De esta manera se logra mejorar los granulados de prensado y briqueteado y optimizar esencialmente el procedimiento de preparación, dado que independientemente del medio de aplicación posterior puede usarse siempre una fracción de núcleo prensada o briquetada uniforme. Esta fracción de núcleo uniforme puede introducirse en recipientes adecuados y almacenarse temporalmente o transportarse a otro sitio, en el que se realiza el procesamiento posterior. En el procesamiento posterior se aplica por granulación sobre la fracción de núcleo uniforme en otra etapa de procedimiento al menos una capa exterior de al menos un polvo de pigmento. El polvo de pigmento de la fracción de núcleo y el de la capa exterior aplicada por granulación no deben ser necesariamente idénticos. Esto es ventajoso en particular en la preparación de granulados a partir de mezclas de pigmentos, dado que puede prescindirse del mezclado previo de los pigmentos individuales. Así, por ejemplo, mediante mezclado de pigmentos rojos de óxido de hierro y pigmentos amarillos de óxido de hierro pueden prepararse distintas tonalidades naranjas o mediante mezclado de pigmentos amarillos de óxido de hierro y pigmentos azules de ftalocianina distintos tonos de verde. Para la preparación de un granulado naranja de óxido de hierro puede aplicarse por granulación, por tanto o bien sobre un pigmento amarillo de óxido de hierro compactado (fracción de núcleo) mediante adición de un pigmento rojo de óxido de hierro, éste como capa exterior o sobre un pigmento rojo de óxido

de hierro compactado (fracción de núcleo) mediante adición de un pigmento amarillo de óxido de hierro, éste como capa exterior. La figura 1 ilustra este principio. Ésta muestra el registro mediante microscopía óptica de un granulado naranja de óxido de hierro, en el que sobre un pigmento amarillo de óxido de hierro compactado y que se ha hecho rodar posteriormente (fracción de núcleo – designada como “A” en la figura 1) se aplicó por granulación un pigmento rojo de óxido de hierro como capa exterior (designada como “B” en la figura 1). Para la producción del registro mediante microscopía óptica se vertieron las partículas de granulado en una resina y se rectificaron.

Es esencial en el procedimiento de varias etapas de acuerdo con la invención que en la primera etapa mediante adición del coadyuvante o de los coadyuvantes a uno o varios polvos de pigmento orgánicos o inorgánicos se genere un material homogéneo suficientemente cohesivo. Para ello se usan por regla general mezcladoras, en casos particulares puede ser ventajoso sin embargo también usar un molino. En la segunda etapa se realiza entonces el prensado o briqueteado de una sola vez o varias veces. Mediante una etapa de trituración, tal como por ejemplo granulación por tamizado, se prepara la fracción de núcleo que se aísla eventualmente mediante una etapa de separación, puede redondearse o revestirse. Una etapa de separación para el aislamiento de la fracción de núcleo es sin embargo no forzosamente necesaria, dado que el polvo que se produce durante la etapa de trituración puede aplicarse por granulación también directamente sobre la fracción de núcleo. La etapa de procedimiento esencial en el procedimiento de acuerdo con la invención es un rodadura posterior con adición de uno o varios pigmentos orgánicos o inorgánicos o mezclas de pigmentos, mezclándose el o bien los pigmentos o mezclas de pigmentos antes o durante la adición con uno o varios coadyuvantes, de modo que se aplica por granulación aún al menos una capa exterior. La aplicación por granulación de la(s) capa(s) exterior(es) puede realizarse también en lecho fluidizado o en un lecho fluido. El o los coadyuvantes usados deben permitir en el respectivo medio de aplicación una procesabilidad a ser posible buena.

Otra ventaja del procedimiento de acuerdo con la invención se encuentra entre otras cosas en que puede partirse de polvo de pigmento secado y eventualmente molido. Esto es en particular especialmente económico cuando el pigmento se prepara mediante una síntesis en seco – tal como por ejemplo la preparación de rojo de óxido de hierro mediante calcinación de negro o amarillo de óxido de hierro. En la granulación por pulverización es necesario por ejemplo un nuevo mezclado y después una etapa de secado adicional. Además es energéticamente muy costoso separar el agua usada para el mezclado de nuevo mediante evaporación.

Preferentemente se usan pigmentos inorgánicos. Pueden usarse sin embargo también cargas.

Como coadyuvantes pueden usarse tanto sustancias inorgánicas como también orgánicas.

Como coadyuvantes se usan preferentemente agua, sales del grupo de los fosfatos, fosfonatos, carbonatos, sulfatos, sulfonatos, silicatos, aluminatos, boratos, titanatos, formiatos, oxalatos, citratos, tartratos, estearatos, acetatos, polisacáridos, derivados de celulosa, tal como preferentemente éteres de celulosa o ésteres de celulosa, ácidos fosfonocarboxílicos, silanos modificados, aceites de silicona, aceites de cultivo biológico (preferentemente aceite de colza, aceite de soja, aceite de germen de maíz, aceite de oliva, aceite de coco, aceite de girasol), petróleos refinados de base parafínica y/o nafténica, aceites preparados de manera sintética, alquifenoles, glicoles, poliéteres, poliglicoles, derivados de poliglicol, copolímeros de óxido de etileno-óxido de propileno, productos de condensación de albúmina-ácido graso, alquilbencenosulfonatos, alquilnaftalenosulfonatos, ligninsulfonatos, poliglicoléteres sulfatados, condensados de melamina-formaldehído, condensados de naftaleno-formaldehído, ácido glucónico, poliácridatos, éteres de policarboxilato, compuestos de polihidroxi, compuestos de polihidroxiamino o soluciones o mezclas o suspensiones o emulsiones de los mismos.

Como coadyuvantes en el sentido de esta invención se aplican también emulsionantes, agentes humectantes y coadyuvantes de dispersión.

Como emulsionantes se tienen en cuenta preferentemente emulsionantes con valores HLB de 7 a 40, en particular de 8 a 18, para su uso en materiales de construcción con sistemas acuosos, tal como por ejemplo hormigón, que contienen restos alquilo o acrílico así como grupos intermedios y finales hidrófilos tal como por ejemplo amidas, aminas, éteres, hidroxilo, carboxilato, sulfato, sulfonato, fosfato, fosfonato, sal de amina, poliéteres, poliamida, polifosfato. Las sustancias pueden usarse individualmente o en combinación de manera correspondiente a su valor HLB.

Como agentes humectantes son adecuados preferentemente alquilbencenosulfonatos, sulfatos de alcohol graso, étersulfatos de alcohol graso, etoxilato de alcohol graso, etoxilato de alquifenol, alcanos- u olefinasulfonatos ramificados y/o no ramificados, alcanos- u olefinasulfatos ramificados y/o no ramificados y sulfosuccinatos.

Como coadyuvantes de dispersión se usan preferentemente ligninsulfonatos, melaminasulfonatos, naftalenosulfonatos, jabones, jabones metálicos, poli(alcoholes vinílicos), poli(sulfatos de vinilo), poliácridamidas, poliácridatos, éteres de policarboxilato, alcanosulfatos o -sulfonatos o -sulfosuccinatos de cadena media y larga así como alcanofosfatos o -fosfonatos de cadena media y larga.

Los coadyuvantes pueden usarse preferentemente en unión con otros aditivos tal como por ejemplo agentes desespumantes, agentes de retención o sustancias aromáticas.

5 A los granulados de pigmento pueden añadirse preferentemente durante el mezclado adicionalmente también conservantes en una concentración del 0,01 % al 1 % en peso, con respecto al peso de los granulados de pigmento. Como ejemplos se mencionan compuestos de escisión de formaldehído, compuestos fenólicos o preparaciones de isotiazolinona.

10 Los granulados de pigmento contienen preferentemente coadyuvantes en una cantidad total del 0,001 % al 10 % en peso, de manera especialmente preferente del 0,01 % al 5 % en peso, de manera muy especialmente preferente del 0,1 % al 5 % en peso, con respecto a la cantidad total de los pigmentos.

15 El núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a) y la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación de acuerdo con b) y c) contienen preferentemente en cada caso un pigmento inorgánico o en cada caso un pigmento orgánico.

20 Preferentemente contiene el núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a) y la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación de acuerdo con b) y c) el mismo pigmento, sin embargo en al menos una de las capas exteriores aplicadas por granulación está contenido un coadyuvante distinto en cantidad o tipo con respecto al núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a).

25 El núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a) y la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación de acuerdo con b) y c) contienen preferentemente el mismo pigmento, no estando prensado y no estando briqueteado el pigmento en al menos una de las capas exteriores aplicadas por granulación.

30 El núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a) y la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación de acuerdo con b) y c) contienen preferentemente en cada caso varios pigmentos inorgánicos y/o en cada caso varios pigmentos orgánicos.

35 El núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a) y la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación de acuerdo con b) y c) contienen preferentemente los mismos pigmentos orgánicos o inorgánicos sin embargo al menos un coadyuvante distinto en cantidad o tipo con respecto al núcleo.

40 El núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a) y la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación de acuerdo con b) y c) contienen preferentemente los mismos pigmentos orgánicos y/o inorgánicos, no estando prensado y no estando briqueteado el pigmento en al menos una de las capas exteriores aplicadas por granulación.

45 El o bien los pigmentos, que forma o bien forman la capa exterior aplicada por granulación de acuerdo con b) y c), asciende o bien ascienden preferentemente en total como máximo a cuatro veces, preferentemente como máximo al mismo peso, con respecto al peso del núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a).

50 En el núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a) están contenidos preferentemente otros coadyuvantes distintos que en la capa exterior aplicada por granulación de acuerdo con b) y c).

El núcleo prensado o briqueteado de acuerdo con a) está revestido una sola vez o varias veces preferentemente con uno o varios coadyuvantes.

55 La capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación de acuerdo con b) y c) están revestidas una sola vez o varias veces preferentemente en cada caso con uno o varios coadyuvantes.

Sólo la más externa de las capas exteriores aplicadas por granulación de acuerdo con b) y c) está revestida una sola vez o varias veces preferentemente con uno o varios coadyuvantes.

60 Los granulados de pigmento inorgánicos presentan preferentemente una densidad aparente en el intervalo de 0,3 a 4,0 g/cm³, preferentemente en el intervalo de 0,5 a 2,0 g/cm³, presentando los granulados de pigmento, que contienen hollín u pigmentos orgánicos, preferentemente una densidad aparente en el intervalo de 0,1 a 2,5 g/cm³.

65 Preferentemente presenta al menos el 85 % de los granulados de pigmento un tamaño de partícula en el intervalo de 80 a 3000 µm, preferentemente en el intervalo de 100 a 1500 µm.

Los granulados de pigmento presentan preferentemente un contenido de agua residual inferior al 4 % en peso, preferentemente inferior al 2 % en peso. Por agua residual en el sentido de esta invención se entiende la humedad residual.

ES 2 688 174 T3

Los granulados de pigmento contienen preferentemente de manera adicional conservantes, agentes desespumantes, agentes de retención, agentes que impiden la deposición y/o sustancias aromáticas.

5 La invención se refiere también a un procedimiento para la preparación de los granulados de pigmento de acuerdo con la invención, caracterizado por que

a) se mezclan uno o varios pigmentos orgánicos o inorgánicos con uno o varios coadyuvantes,

10 b) esta mezcla se somete al menos a una etapa de prensado o briqueteado para obtener costras,

c) estas costras se trituran en al menos una etapa en gérmenes y polvo,

15 d) se separan los gérmenes del polvo, sirviendo la fracción superior a 80 μm , preferentemente superior a 100 μm como fracción de núcleo y eventualmente

(i) se somete a una etapa de redondeo y/o

(ii) se reviste con uno o varios coadyuvantes,

20 en el que la etapa d1)(ii) puede tener lugar también antes de d1)(i), o bien las dos etapas pueden tener lugar también simultáneamente y el producto obtenido permanece en el proceso de producción, mientras que la otra fracción se excluye del proceso o se reconduce,

25 e) y sobre el producto obtenido se aplica por granulación al menos una capa exterior con adición de uno o varios pigmentos orgánicos o inorgánicos o mezclas de los mismos mediante rodadura posterior, en el que

(i) el o los pigmentos orgánicos o inorgánicos o mezclas se mezclaron previamente con uno o varios coadyuvantes, y/o

30 (ii) durante la rodadura posterior se añaden uno o varios coadyuvantes y/o

(iii) el o los pigmentos orgánicos o inorgánicos o bien la mezcla de pigmentos orgánicos o inorgánicos y al menos un coadyuvante se sometieron previamente a una o varias etapas de prensado o briqueteado,

35 para obtener un granulado que se ha hecho rodar posteriormente y

f) el granulado que se ha hecho rodar posteriormente así se reviste eventualmente una vez o varias veces con coadyuvantes.

40 En el prensado o briqueteado (compactación, etapa b)) es un número indicador importante la fuerza de prensado (kN) por cm de anchura de cilindro (fuerza lineal). En el caso de la compactación entre cilindros se parte de una transferencia lineal de la fuerza de prensado, dado que no puede definirse una superficie de prensado y por tanto no puede calcularse ninguna presión (kN/cm^2).

45 La etapa de prensado o briqueteado b) se realiza preferentemente por medio de una prensa de cilindros o prensa de matrices y con fuerzas lineales de 0,1 a 50 kN/cm, preferentemente de 0,1 a 20 kN/cm.

50 Cuando se realizan varias etapas de prensado o briqueteado, pueden aplicarse fuerzas lineales idénticas o distintas. La aplicación de distintas fuerzas lineales es especialmente ventajosa por ejemplo cuando los pigmentos orgánicos y/o inorgánicos presentan una densidad aparente muy baja, de modo que se realiza una compactación previa en una primera etapa de prensado o briqueteado.

55 Preferentemente se realizan varias etapas de prensado o briqueteado b) directamente una tras otra, usándose unidades de prensado o briqueteado idénticas o distintas y las etapas de prensado o briqueteado se realizan con fuerzas lineales idénticas o distintas en el intervalo de 0,1 a 50 kN/cm, preferentemente de 0,1 a 20 kN/cm.

60 La compactación se realiza preferentemente con fuerzas lineales bajas. Las fuerzas lineales aplicadas se encuentran en general preferentemente en la zonas más bajas de los aparatos que pueden obtenerse comercialmente. Los aparatos que pueden obtenerse comercialmente son por ejemplo el Pharmapaktor 200/50 de la empresa Bepex GmbH, Leingarten/Alemania.

65 La trituración en la etapa c) puede realizarse por medio de todas las unidades de trituración habituales en el mercado, tal como trituradoras, cilindros de puntas, cilindros con dispositivos de fricción o granuladores con tamizado o bien molinos con tamizado, en los que se presiona el material por un tamiz de paso (las denominadas trituradoras). Los rotores se mueven, tal como se conoce en general, de manera giratoria o de manera oscilante con una velocidad periférica de 0,05 m/s a 10 m/s, preferentemente de 0,3 a 5 m/s. La distancia entre el rotor y el tamiz o

el disco perforado asciende a de 0,1 a 15 mm, preferentemente a de 0,1 a 5 mm, de manera especialmente a de 1 a 2 mm.

5 Preferentemente se realiza la trituración en la etapa c) mediante un tamiz de paso como unidad de trituración con un ancho de malla de 0,5 a 4 mm, preferentemente de 1 a 2 mm.

10 Eventualmente es ventajoso realizar la etapa de trituración c) varias veces una detrás de otra. Para ello pueden conectarse uno detrás de otro varios granuladores con tamizado o molinos con tamizado - preferentemente con distintos anchos de malla del tamiz de paso. Preferentemente se realizan varias etapas de trituración c) por medio de tamices de paso directamente una tras otra, usándose distintos anchos de malla de los tamices de paso y usándose en la última etapa de trituración un tamiz de paso con un ancho de malla de 0,5 a 4 mm, preferentemente de 1 a 2 mm.

15 Cuando se realizan varias etapas de trituración c) directamente una tras otra, pueden combinarse entre sí también distintas unidades de trituración. Así puede realizarse por ejemplo antes del uso de una granuladora con tamizado o un molino con tamizado en primer lugar una trituración gruesa de las costras por medio de trituradores de cilindros o de mandíbulas. Debido a ello puede verse influida entre otras la distribución del tamaño de partícula del producto triturado. Preferentemente se realizan varias etapas de trituración c) directamente una tras otra, usándose distintas unidades de trituración.

20 Antes de la trituración en la etapa c) se separan preferentemente las costras de b) en dos fracciones, alimentándose la fracción gruesa, en la que al menos el 85 % de las partículas son superiores a 500 μm , preferentemente superiores a 600 μm , a la etapa c) y triturándose en una o varias etapas y añadiéndose la fracción fina a la etapa d1) para separarse en la etapa d1) de manera separada de o de manera conjunta con los gérmenes y el polvo de la etapa c) de nuevo en dos o varias fracciones y formar la fracción de núcleo.

30 Los gérmenes y el polvo del producto triturado de la etapa c) se separan en la etapa d1) preferentemente en dos fracciones, excluyéndose o reconduciéndose al proceso la proporción fina inferior a 80 μm , preferentemente inferior a 100 μm , de manera muy especialmente preferente inferior a 250 μm , y sirviendo la fracción gruesa superior a 80 μm , preferentemente superior a 100 μm , de manera muy especialmente preferente superior a 250 μm , como fracción de núcleo que se hace reaccionar posteriormente en el proceso.

35 Los gérmenes y polvo del producto triturado de la etapa c) se separan preferentemente en la etapa d1) en tres fracciones, excluyéndose o reconduciéndose la proporción fina y la proporción gruesa y sirviendo la fracción media en el intervalo de 80 a 2000 μm , preferentemente en el intervalo de 100 a 1500 μm , de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 250 bis 1000 μm como fracción de núcleo, que se hace reaccionar posteriormente en el proceso y eventualmente se somete a una etapa de redondeo y/o se reviste adicionalmente. La etapa de redondeo d1)(i) se realiza preferentemente sobre un plato giratorio (plato de peletización), en un tambor de formación de grageas o un tambor giratorio (tambor de peletización), en una instalación de tamizado o en un lecho fluidizado o en un lecho fluido. Según esto puede separarse por succión la proporción de polvo o puede descargarse en el lecho fluidizado con el aire. La proporción de polvo puede reconducirse en otro punto de nuevo al proceso.

45 Antes de la etapa e) se separa preferentemente la fracción de núcleo de la etapa d1) en dos fracciones, excluyéndose o reconduciéndose la proporción fina o la proporción gruesa y alimentándose la fracción en el intervalo de 80 a 2000 μm , preferentemente en el intervalo de 100 a 1500 μm , a la etapa e).

50 Antes de la etapa e) se separa preferentemente la fracción de núcleo de la etapa d1) en tres fracciones, excluyéndose o reconduciéndose la proporción fina y la proporción gruesa y alimentándose la fracción media en el intervalo de 80 a 2000 μm , preferentemente en el intervalo de 100 a 1500 μm , a la etapa e).

55 En la posterior etapa de granulación por formación e) se añaden al producto obtenido a partir de las etapas de procedimiento descritas anteriormente uno o varios pigmentos orgánicos o inorgánicos o mezclas de pigmentos orgánicos y/o inorgánicos, que se mezclaron previamente con uno o varios coadyuvantes, y se aplican por granulación mediante rodadura posterior. La etapa de rodadura posterior en e) se realiza preferentemente sobre un plato giratorio (plato de peletización), en un tambor de formación de grageas o un tambor giratorio (tambor de peletización). A este respecto se seleccionan el o bien los coadyuvantes usados de modo que permitan una buena procesabilidad en el medio de aplicación deseado. El o los coadyuvantes usados en la etapa de procedimiento e) no debe o bien no deben ser idénticos por consiguiente necesariamente con el o los coadyuvantes que se añade o bien se añaden a la etapa de procedimiento a). Lo mismo se aplica para el o los pigmentos orgánicos o inorgánicos. En la etapa de procedimiento e) puede ser absolutamente ventajoso usar otro pigmento u otros pigmentos u otra mezcla de pigmentos que en la etapa de procedimiento a). Cuando se añaden en la etapa de procedimiento e) varios pigmentos, es insignificante si se añaden éstos uno tras otro o si se preparó previamente una mezcla de los pigmentos y esta mezcla se añade en la etapa e). Igualmente es insignificante si una mezcla de pigmento que contiene uno o varios coadyuvantes se prepara debido a que se prepara en primer lugar la mezcla de pigmentos y

se mezcla ésta a continuación con uno o varios coadyuvantes, o que en primer lugar se mezclan uno o varios pigmentos con uno o varios coadyuvantes y se mezclan finalmente los pigmentos mezclados ya con coadyuvante(s).

5 Preferentemente asciende o bien ascienden el o bien los pigmentos orgánicos y/o inorgánicos añadidos en la etapa e) en total como máximo a cuatro veces, preferentemente como máximo a una vez, con respecto al peso de la fracción de núcleo usada en la etapa e).

10 El o bien los pigmentos orgánicos y/o inorgánicos usados en la etapa e) son distintos preferentemente del o bien de los pigmentos orgánicos y/o inorgánicos, que se usó o bien que se usaron en la etapa de procedimiento a).

En la etapa e) se añade preferentemente un pigmento orgánico o un pigmento inorgánico.

En la etapa e) se añaden preferentemente varios pigmentos orgánicos y/o inorgánicos uno tras otro.

15 En la etapa e) se añaden en particular varios pigmentos orgánicos y/o inorgánicos, mezclándose éstos entre sí previamente.

20 El o bien los pigmentos orgánicos y/o inorgánicos usados en la etapa e) se mezclan preferentemente de manera previa individualmente o como mezcla con uno o varios coadyuvantes.

El granulado obtenido tras la etapa e) se separa preferentemente antes de la etapa f) en dos fracciones y sólo la fracción en la que las partículas son superiores a 80 µm, preferentemente superiores a 250 µm, se añade a la etapa f), mientras que la fracción fina se excluye del proceso o se reconduce.

25 El granulado obtenido tras la etapa e) se separa preferentemente antes de la etapa f) en tres fracciones y sólo la fracción en la que al menos el 85 % de las partículas son superiores a 80 µm, preferentemente superiores a 100 µm, o se encuentran en el intervalo de 80 a 3000 µm, preferentemente en el intervalo de 100 a 1500 µm, se añade a la etapa f), mientras que las otras fracciones se excluyen del proceso o se reconducen.

30 Preferentemente se realizan adicionalmente aún una o varias etapas de secado.

Descripción general del procedimiento de preparación

35 El mezclado descrito en la etapa a) del o bien de los pigmentos orgánicos o inorgánicos con uno o varios coadyuvantes puede realizarse en mezcladoras convencionales. El experto conoce una serie de unidades y tipos de unidades. En casos particulares puede ser ventajoso usar para el proceso de mezclado también un molino. Lo análogo se aplica para la preparación de la mezcla usada en la etapa de procedimiento e) de pigmento(s) y coadyuvante(s).

40 Antes de la trituración en la etapa c) pueden separarse las costras de b) preferentemente en dos fracciones (etapa intermedia x), para que se alimente entonces la fracción gruesa, en la que al menos el 85 % de las partículas son superiores a 500 µm, preferentemente 600 µm, a la etapa c) y se triture en una o varias etapas y se añada la fracción fina a la etapa d1), para que se separe en la etapa d1) de manera separada de o de manera conjunta con los gérmenes y el polvo de la etapa c) de nuevo en dos o varias fracciones y formen la fracción de núcleo.

45 Preferentemente se tritura únicamente la fracción gruesa de la etapa intermedia x) en la etapa c), mientras que se separa la fracción fina de la etapa intermedia x) en la etapa d1) en dos o varias fracciones.

50 La etapa intermedia x) puede realizarse preferentemente mediante clasificación o tamizado (separación mecánica). Preferentemente se usan máquinas de tamizado tal como por ejemplo tamices de tambor, tamices oscilantes y tamices vibratorios.

55 Preferentemente se separan los gérmenes y el polvo del producto triturado en d1) en dos fracciones, excluyéndose la fracción inferior a 80 µm, preferentemente inferior a 100 µm, de manera muy especialmente preferente inferior a 250 µm, o reconduciéndose al proceso y sirviendo la fracción superior a 80 µm, preferentemente superior a 100 µm, de manera muy especialmente preferente superior a 250 µm como fracción de núcleo. Preferentemente asciende la cantidad de la proporción fina a del 10 % al 50 % en peso, de manera especialmente preferente a del 10 % al 30 % en peso. La proporción fina se excluye del proceso y puede reconducirse en otro punto de nuevo al proceso. La proporción que queda en el proceso sirve como fracción de núcleo y se redondea eventualmente en otra etapa d1)(i) y/o se reviste con uno o varios coadyuvantes en la etapa d1)(ii).

60 De manera especialmente preferente se separaran los gérmenes y el polvo del producto triturado en la etapa d1) en tres fracciones, excluyéndose la proporción fina y la proporción gruesa del proceso o reconduciéndose al proceso y sirviendo la fracción media en el intervalo de 80 a 2000 µm, de manera especialmente preferente en el intervalo de 100 a 1500 µm, de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 250 a 1000 µm como fracción de

núcleo. Preferentemente asciende la cantidad de la proporción fina y gruesa a del 10 % al 50 % en peso, de manera especialmente preferente a del 10 % al 30 % en peso. La proporción fina y gruesa se excluyen del proceso y pueden reconducirse en otro punto de nuevo al proceso. La proporción que queda en el proceso sirve como fracción de núcleo y se redondea eventualmente en otra etapa d1)(i) y/o se reviste con uno o varios coadyuvantes en la etapa d1)(ii).

La etapa de redondeo en d1) puede realizarse con separación de la proporción de polvo. La etapa de redondeo d1)(i) puede realizarse sobre un plato giratorio (plato de peletización), en un tambor de formación de grageas o un tambor giratorio (tambor de peletización), en una instalación de tamizado o en un lecho fluidizado o en un lecho fluido. Según esto puede separarse por succión la proporción de polvo o puede descargarse en el lecho fluidizado con el aire. La proporción de polvo puede reconducirse en otro punto de nuevo al proceso.

Antes de la etapa de procedimiento e) puede ser ventajoso realizar otra etapa intermedia y), en la que se separa del flujo de producto una fracción de tamaño de partícula deseada. Preferentemente se alimenta sólo la fracción en el intervalo de 80 a 2000 μm , de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 100 a 1500 μm , a la etapa de procedimiento e), mientras que la proporción fina y/o gruesa se excluyen del proceso o se conducen de nuevo al proceso.

Preferentemente, antes de la etapa e) se separa la fracción de núcleo de la etapa d1) en dos fracciones, excluyéndose o reconduciéndose la proporción fina o la proporción gruesa y alimentándose la fracción en el intervalo de 80 a 2000 μm , en particular en el intervalo de 100 a 1500 μm , a la etapa e).

Preferentemente, antes de la etapa e) se separa la fracción de núcleo de la etapa d1) en tres fracciones, excluyéndose o reconduciéndose la proporción fina y la proporción gruesa y alimentándose la fracción media en el intervalo de 80 a 2000 μm , en particular en el intervalo de 100 a 1500 μm , a la etapa e).

La etapa intermedia y) puede realizarse preferentemente mediante clasificación o tamizado (separación mecánica). Preferentemente se usan máquinas de tamizado tal como por ejemplo tamices de tambor, tamices oscilantes y tamices vibratorios.

El rodadura posterior en la etapa e) se realiza preferentemente sobre un plato giratorio (plato de peletización) o en un tambor de formación de grageas o un tambor giratorio (tambor de peletización).

El o bien los pigmentos orgánicos o inorgánicos usados en la etapa de procedimiento e) no debe o bien no deben ser idénticos con el o los pigmentos orgánicos o inorgánicos descritos en la etapa a). En la preparación de pinturas mixtas es incluso especialmente ventajosa la elección de distintos pigmentos.

El granulado obtenido tras la etapa e) puede revestirse una sola vez o varias veces en la etapa f) preferentemente aún con uno o varios coadyuvantes.

La envoltura de los granulados de pigmento sirve para aumentar la estabilidad o bien como medio auxiliar en el procesamiento. Esta capa puede generarse mediante aplicación de sales inorgánicas en solución, de polioles, aceites o ceras o bien poliéteres, policarboxilatos, éteres de policarboxilatos o derivados de celulosa, preferentemente carboximetilcelulosa.

Tras la etapa de procedimiento e) puede ser ventajoso realizar otra etapa intermedia z), en la que del granulado obtenido se separa una fracción de tamaño de partícula deseado. Preferentemente se separa la fracción superior a 80 μm , preferentemente superior a 100 μm o la fracción en el intervalo de 80 a 3000 μm , preferentemente en el intervalo de 100 a 2500 μm , de manera muy especialmente preferente en el intervalo de 250 a 1500 μm , y se añade a la etapa f). El grano superior y/o grano inferior pueden excluirse del proceso o pueden reconducirse de nuevo. Eventualmente puede ser ventajoso realizar la etapa intermedia z) también tras la etapa f).

Preferentemente se separa el granulado obtenido tras la etapa e) antes de la etapa f) en dos fracciones y sólo la fracción en la que las partículas son superiores a 80 μm , en particular superiores a 250 μm , se añade a la etapa f), mientras que la fracción fina se excluye del proceso o se reconduce.

Preferentemente se separa el granulado obtenido tras la etapa e) antes de la etapa f) en tres fracciones y sólo la fracción en la que al menos el 85 % de las partículas son superiores a 80 μm , en particular superiores a 100 μm , o se encuentran en el intervalo de 80 a 3000 μm , en particular en el intervalo de 100 a 1500 μm , se añaden a la etapa f), mientras que las otras fracciones se excluyen del proceso o se conducen.

La etapa intermedia z) puede realizarse preferentemente mediante clasificación o tamizado (separación mecánica). Preferentemente se usan máquinas de tamizado tal como por ejemplo tamices de tambor, tamices oscilantes y tamices vibratorios.

5 La reconducción del grano superior y/o inferior separado al proceso puede realizarse en distintos puntos. Esto dependerá entre otras cosas de qué coadyuvantes se añadieron, si se usan uno o varios pigmentos para todo el procedimiento y si se desea o no un mezclado de los coadyuvantes o pigmentos a través de la reconducción del grano superior e inferior. El experto distinguirá sin embargo sin duda la etapa de procedimiento ideal para su caso de aplicación en el procedimiento de acuerdo con la invención, en la que es especialmente ventajosa la reconducción del grano superior y/o inferior separado. En el caso de la reconducción del grano superior puede ser esto ventajoso cuando éste se tritura tras la separación y antes de la reconducción.

10 El procedimiento de acuerdo con la invención puede aplicarse no sólo sobre pigmentos inorgánicos y/u orgánicos, sino también sobre cargas.

15 La invención se refiere también al uso de los granulados de pigmento para la coloración de materiales de construcción, tal como hormigón, mortero, enfoscados y asfalto, y para la coloración de medios orgánicos, tal como lacas, plásticos y pastas de color, y para la preparación de pinturas de dispersión y suspensiones.

Los granulados de pigmento se mezclan preferentemente con los materiales de construcción en una cantidad del 0,1 % al 10 % en peso, preferentemente sobre cemento, o en caso de asfalto con respecto a todo el material a mezclar.

20 Los granulados de pigmento se suspenden preferentemente en primer lugar en agua y a continuación se mezclan con los materiales de construcción.

Los granulados de pigmento se mezclan preferentemente con los medios orgánicos.

25 Los medios orgánicos son preferentemente plásticos.

Los plásticos son preferentemente termoplásticos, duroplásticos y/o elastómeros.

Los granulados de pigmento se mezclan preferentemente con plásticos líquidos.

30 Los medios orgánicos son preferentemente polímeros con propiedades elásticas como caucho.

Los medios orgánicos son preferentemente lacas en polvo.

35 Los granulados de pigmento se mezclan preferentemente con las pinturas de dispersión.

El objetivo de la invención de la presente invención resulta no sólo del objeto de las reivindicaciones individuales, sino también de la combinación de las reivindicaciones individuales. Lo mismo se aplica para todos los parámetros divulgados en la descripción y sus combinaciones discrecionales.

40 Por medio de los siguientes ejemplos se explica en más detalle la invención, sin que debido a ello deba provocarse una limitación de la invención.

I. Descripción de los procedimientos de medición usados

45 A. Determinación de la capacidad de dispersión para materiales de construcción

La determinación de la capacidad de dispersión para materiales de construcción se realiza en mortero por medio de la medición colorimétrica de prismas fabricados con cemento blanco con los siguientes datos:

50 Relación cemento-arena de cuarzo 1:4, valor agua-cemento 0,35, nivel de pigmentación 1,2 %, con respecto a cemento, mezcladora usada de RK Toni Technik, Berlín, con cuencos de mezclado de 5 l, forma de construcción 1551, número de revoluciones 140 r/min, mezcla de reacción: 500 g de cemento.

55 Tras un tiempo de mezclado de 40 s, 55 s, 70 s, 85 s y 100 s se extraen en cada caso muestras de mezcla (300 g) y se fabrican a partir de esto probetas (5 x 10 x 2,5 cm) con presión (fuerza de compresión 114 kN durante 2 segundos). Curado de las probetas: 24 h a 30 °C y un 95 % de humedad relativa del aire con secado posterior durante 4 h a 60 °C. Medición de datos de color por medio de Dataflash® 2000 Datacolor International, 4 puntos de medición por piedra. Los valores medios obtenidos se comparan con los valores de una muestra de referencia. Se evalúan la distancia de color ΔE_{ab}^* y la intensidad de color (muestra de referencia = 100 %) (DIN 5033, DIN 6174).

60 En el sentido de esta solicitud se usan las siguientes abreviaturas y cálculos colorimétricos, tal como se conocen por el sistema CIELAB:

- a^* corresponde al eje rojo-verde con $\Delta a^* = a^*(\text{muestra}) - a^*(\text{referencia})$

65 • b^* corresponde al eje amarillo-azul con $\Delta b^* = b^*(\text{muestra}) - b^*(\text{referencia})$

- L^* corresponde a la claridad con $\Delta L^* = L^*(\text{muestra}) - L^*(\text{referencia})$.
- ΔE_{ab}^* corresponde a la distancia de color, en la que $(\Delta E_{ab}^*)^2 = (\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2$, es decir $\Delta E_{ab}^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$.

5 Para la intensidad de color relativa en % se aplican las siguientes ecuaciones:

$$\text{Intensidad de color relativa en \%} = \frac{(K/S)_{\text{muestra}}}{(K/S)_{\text{referencia}}} \cdot 100$$

$$10 \quad K/S = \frac{(1 - \beta^*)^2}{2 \cdot \beta^*}$$

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

15 en las que $r_0 = 0,04$ y $r_2 = 0,6$ e Y es el valor de color normalizado (claridad).

El cálculo se realiza de acuerdo con la norma DIN 53 234.

La capacidad de dispersión se designa como buena con una diferencia de intensidad de color de hasta el 5 % en comparación con la muestra de referencia y una distancia de color ΔE_{ab}^* de como máximo 1,5 unidades.

20 B. Determinación de la capacidad de dispersión para asfalto

La determinación de la capacidad de dispersión en asfalto se realizó según el siguiente procedimiento: El polvo de pigmento o bien granulado de pigmento se mezcla en una mezcladora de laboratorio que puede calentarse (Rego-Mischer) junto con un bitumen de construcción de calles del tipo B 80 (producto comercial de Shell AG) y aditivos durante 60 segundos a 180 °C. Con la mezcla se fabrican probetas según Marshall ("The Shell Bitumen Handbook, Shell Bitumen U.K., 1990, página 230-232). Las diferencias de tonalidad de los cuerpos de Marshall con respecto a una muestra de comparación predeterminada de polvo de pigmento se evalúan colorimétricamente mediante comparación de los valores de rojo a^* (cromámetro Minolta II, tipo de luz normalizada C, sistema CIELAB, norma DIN 5033, DIN 6174). Las diferencias en los valores a^* inferiores a 0,5 unidades no son distinguibles visualmente.

30 C. Determinación de la capacidad de dispersión para plásticos

La determinación de la capacidad de dispersión en plásticos se realiza de acuerdo con la norma DIN EN 13900-2: Pigmento y cargas – Procedimiento de dispersión y evaluación de la capacidad de dispersión en plásticos, parte 2: determinación de las propiedades colorísticas y de la dureza de dispersión en masas moldeables de poli(cloruro de vinilo) (PVC-P) que contienen plastificantes en el ensayo de laminación. El pigmento o bien granulado de pigmento que va a someterse a prueba se dispersa a 160 ± 5 °C en el aclaramiento en una mezcla de pigmento y un polvo de pigmento blanco de dióxido de titanio (Tronox® R-FK-2; Tronox® R-FK-2 es un producto comercial de Tronox Incorporated) en la relación en peso = 1:5 en una laminadora mezcladora en PVC. La hoja homogeneizada obtenida se divide y una mitad se expone a continuación mediante laminación a temperatura ambiente a fuerzas de cizallamiento elevadas. Como medida de la capacidad de dispersión vale en caso de pigmentos de color la dureza de dispersión DH_{PVC-P} , que indica el aumento porcentual de la intensidad de color tras la laminación a temperatura ambiente.

45 La intensidad de color de la hoja homogeneizada de PVC laminada en frío se determina como referencia con respecto al 100 % de acuerdo con las fórmulas ya indicadas anteriormente.

50 La dureza de dispersión DH_{PVC-P} se calcula entonces de acuerdo con

$$DH_{PVC-P} = 100 * \left(\frac{F_{\text{muestra laminada en frío}}}{F_{\text{muestra laminada en caliente}}} - 1 \right)$$

A este respecto es $F_{\text{muestra laminada en caliente}}$ el valor de intensidad de color de la probeta laminada en caliente y $F_{\text{muestra laminada en frío}}$ que corresponde al valor de intensidad de color de la probeta laminada en frío. Para el cálculo de la

intensidad de color se aplican las fórmulas indicadas ya anteriormente, siendo en el caso del testeo en plásticos $r_0 = 0,05325$ y $r_2 = 0,65$.

Adicionalmente se determina en la determinación de la capacidad de dispersión en plásticos aún la distancia de color ΔE_{ab}^* entre la hoja homogeneizada de PVC laminada en caliente y en frío. Para el cálculo de ΔL^* , Δa^* , Δb^* se aplican las fórmulas indicadas ya anteriormente y conocidas por el sistema CIELAB. La hoja homogeneizada de PVC laminada en frío sirve también en este caso como referencia. Un pigmento o bien granulado de pigmento que puede dispersarse bien se ha dispersado ya con bajas fuerzas de cizallamiento, mientras que para dispersar un pigmento que puede dispersarse con dificultad se requieren las fuerzas de cizallamiento elevadas en caso de laminación a baja temperatura. Por tanto se aplica: cuanto más baja sea la dureza de dispersión y cuando más pequeña sea la distancia de color ΔE_{ab}^* mejor puede dispersarse el pigmento. En particular en caso de granulados tiene mucha importancia la capacidad de dispersión, dado que en primer lugar deben dividirse las partículas del granulado, que pueden dispersarse entonces en el plástico. La capacidad de dispersión de pigmentos de color o bien pigmentos de color granulados se designa como buena con una dureza de dispersión de como máximo el 10 % y con una distancia de color ΔE_{ab}^* de como máximo 1,5 unidades en el procedimiento de prueba descrito anteriormente.

D. Determinación de la capacidad de dispersión para pinturas de dispersión

La capacidad de dispersión de pigmentos de color en pinturas de dispersión se determina por medio de dispositivos agitadores. Como medio de prueba se usa una pintura de dispersión a base de una dispersión de PVA (acetato de vinilo/versatato de vinilo) con una concentración en volumen de pigmento del 55 % (relación pigmento/carga 40/60). En la introducción del pigmento se disponen 180 g de pintura de dispersión blanca, entonces se entremezclan 6,0 g del pigmento de color que va a someterse a prueba con agitación (relación en peso de Tronox[®] R-KB-2/pigmento de color = 5:1; Tronox[®] R-KB-2 es un producto comercial de Tronox Incorporated). Con un disco agitador (diámetro 4 cm) se ajustan las siguientes condiciones de dispersión:

	10 min	1000 r/min (2,1 m/s)
	20 min	2000 r/min (4,2 m/s)
30	10 min	4500 r/min (9,4 m/s)

Tras los tiempos de dispersión individuales se fabrican recubrimientos con espesor de capa de película húmeda de 150 μm (altura de espacio de las rasquetas de retirada) y se secan a temperatura ambiente. Tras el secado se retiran los recubrimientos (películas de pintura) con un objeto anguloso, de manera que las partículas de pigmento no dispersadas aparezcan en la superficie como puntos o bien tiras (manchas). La energía de dispersión que va a aplicarse sobre los granulados se evalúa con una escala de valoración de grado 1 a 5:

	grado 1:	ninguna mancha
	grado 2:	algunas manchas
40	grado 3:	manchas moderadas
	grado 4:	muchas manchas
	grado 5:	muchísimas manchas

Una buena capacidad de dispersión se proporciona sólo con los grados de valoración 1 y 2, a partir del grado 3 es insuficiente la valoración de la energía de dispersión aplicada.

E. Determinación de la autolicuefacción de suspensiones

En la preparación de suspensiones se disponen 300 g de agua y con agitación por medio de un disco agitador con 3,5 cm de diámetro con aproximadamente 1500 r/min se incorpora el polvo de pigmento o bien granulado de pigmento que va a someterse a prueba a temperatura ambiente sin otras adiciones de aditivos ("autolicuefacción") hasta que se consigue una suspensión con contenido de sólidos del 70 % en peso. Si para esta suspensión de partida con el viscosímetro Brookfield con el uso del husillo de medición Brookfield n.º 4 y con un número de revoluciones de 100 r/min resulta un valor de la viscosidad de más de 1000 mPas, entonces se reduce el contenido de sólidos mediante adición de agua en etapas del 5 % en peso, hasta que se ajusta un valor de la viscosidad inferior a 1000 mPas. Si la suspensión de partida con contenido de sólidos del 70 % en peso es por el contrario muy fluida, se eleva su contenido de sólidos mediante adición de polvo de pigmento o bien granulado de pigmento en etapas del 5 % en peso, hasta que se consigue el contenido de sólidos máximo que permite aún un valor de la viscosidad inferior a 1000 mPas. En el uso práctico, las suspensiones con una viscosidad de hasta 1000 mPas se consideran como manipulables sin problemas (que pueden bombearse y dosificarse). 24 horas tras la preparación de la suspensión se mide de nuevo la viscosidad con el viscosímetro Brookfield con el uso del husillo n.º 4 y con un número de revoluciones de 100 r/min. Un aumento de la viscosidad hasta más de 1000 mPas es indeseable. En la preparación de suspensiones a partir de polvos de pigmento o granulados de pigmento es deseable un contenido de sólidos lo más alto posible con al mismo tiempo viscosidad lo más baja posible. Un granulado de pigmento es por tanto más adecuado para la preparación de suspensiones ("autolicuefacción"), cuando la suspensión preparada con un contenido de sólidos lo más alto posible tiene una viscosidad lo más baja posible.

F. Determinación del comportamiento de flujo

La determinación del comportamiento de flujo de los granulados de pigmento se realiza mediante medición del tiempo de derrame de un embudo con 100 ml de volumen con abertura de 6 mm de acuerdo con el ensayo ASTM D 1200-88.

A continuación se explica en más detalle la presente invención por medio de ejemplos, sin que pueda observarse en estos ejemplos una limitación. Los granulados de los ejemplos 1, 3 y 5 se prepararon según procedimientos que corresponden al estado de la técnica y sirven como comparación.

II. Ejemplo de comparación 1

Se mezclaron 50 kg de rojo de óxido de hierro Bayferrox[®] 160 (producto comercial de Lanxess Deutschland GmbH) con el 1,5 % de polipropilenglicol (peso molecular promedio aproximadamente 2000) en una mezcladora durante 15 minutos. La mezcla se prensó en un compactador 200/50 (empresa Bepex, Leingarten) con aproximadamente 15 kN (3 kN/cm) y después se trituró en un triturador (empresa Frewitt, Fribourg, Suiza) con un tamiz de 1,25 mm de ancho de malla. El producto triturado se separó por tamizado a través de un tamiz con 250 µm de ancho de malla. La proporción del grano superior ascendía a aproximadamente el 77 %. Para el testeo en los distintos medios se usó en cada caso la fracción de 315 µm a 1250 µm (ejemplo de comparación 1).

Los resultados de estudio del granulado del ejemplo de comparación 1 están resumidos en la tabla 1.

III. Ejemplo 2

En una mezcladora se mezcló el Bayferrox[®] 160 descrito anteriormente con los siguientes coadyuvantes durante 15 minutos:

I. 1,5 % de polipropilenglicol (peso molecular promedio aproximadamente 2000)

II. 3,0 % de Texapon[®] 842 (Texapon[®] 842 es una solución acuosa de octilsulfato de sodio con aproximadamente el 30 % de contenido de principio activo, producto comercial de Cognis Deutschland GmbH & Co. KG)

III. 3,0 % de una solución acuosa al 30 % de polietilenglicol (peso molecular promedio aproximadamente 20.000)

IV. 2,0 % de una solución acuosa al 45 % de ligninsulfonato de amonio

En cada caso 1,0 kg de la fracción separada por tamizado por encima de 250 µm del ejemplo 1 se introdujo en un plato granulador con 70 cm de diámetro y 53 ° de inclinación y se hizo rodar durante aproximadamente 3 minutos con 34 rpm. En cada caso se añadieron 0,5 kg de

a) la mezcla I. mencionada anteriormente

b) la mezcla II. mencionada anteriormente

c) la mezcla III. mencionada anteriormente

d) la mezcla IV. mencionada anteriormente

en aproximadamente 3 minutos de manera uniforme en el plato granulador giratorio y después se hizo rodar posteriormente toda la muestra aún durante 4 minutos (ejemplos 2a a 2d).

Para el testeo en los distintos medios se usó en cada caso la fracción de 315 µm a 1250 µm para comparar siempre los mismos tamaños de partícula entre sí.

Los resultados de estudio de los granulados de los ejemplos 2a a 2d están resumidos en la tabla 1.

De la tabla 1 es evidente que se comportan de manera muy similar el ejemplo de comparación 1 y el ejemplo 2a en todas las propiedades de aplicación técnica sometidas a prueba. Mediante la aplicación por granulación pura de una capa exterior, que contiene el mismo aditivo que el núcleo compactado, no puede distinguirse por tanto ninguna mejora significativa de las propiedades de aplicación técnica. Los granulados de los ejemplos 2b a 2d muestran por el contrario en al menos una propiedad de aplicación técnica claras ventajas en comparación con el ejemplo de comparación 1 y el ejemplo 2a). Así, la muestra del ejemplo 2b en materiales de construcción puede dispersarse claramente mejor: ya tras sólo 55 s se consigue una intensidad de color final del 99 %, con respecto al polvo usado. Los granulados del ejemplo de comparación 1 producen solo tras 85 s de tiempo de mezclado una intensidad de color del 96 %, los granulados del ejemplo 2a) muestran tras 85 s de tiempo de mezclado únicamente una intensidad de color del 94 %. En la introducción en pintura de dispersión o bien en la preparación de suspensiones, la muestra

del ejemplo 2b no muestra diferencias esenciales con respecto al ejemplo de comparación 1 y el ejemplo 2a. La capacidad de dispersión en asfalto corresponde a los requerimientos.

5 Los granulados del ejemplo 2c permiten en la autolicuefacción un contenido de sólidos en un 5 % más alto que el ejemplo de comparación 1 y el ejemplo 2a.

10 Los granulados del ejemplo 2d son comparables en cuanto a su capacidad de dispersión en materiales de construcción con aquéllos del ejemplo 2b y se evalúan por consiguiente mejor que el ejemplo de comparación 1. Adicionalmente permiten sin embargo los granulados del ejemplo 2d en la introducción en una suspensión con un 75 % un contenido de sólidos muy alto con al mismo tiempo viscosidad muy baja.

IV. Ejemplo de comparación 3

15 Se mezclaron 50 kg de rojo de óxido de hierro Bayferrox® 110 (producto comercial de Lanxess Deutschland GmbH) con el 1,0 % de Walocel® CRT 30 P (producto comercial de Wolff Cellulosics GmbH & Co. KG) en una mezcladora durante 15 minutos y a continuación se homogenizaron a través de un molino de constructor con 1 mm de pieza insertada de tamizado. El producto homogéneo se prensó en un compactador 200/50 con aproximadamente 5 kN (1 kN/cm) y después se trituró en un triturador con un tamiz de 1,25 mm de ancho de malla. El producto triturado se separó por tamizado a través de un tamiz con 250 µm de ancho de malla. La proporción del grano superior ascendía a aproximadamente el 87 %. Para el testeo en los distintos medios se usó en cada caso la fracción de 315 µm a 1250 µm (ejemplo de comparación 3a).

25 Una parte del producto triturado del ejemplo de comparación 3a se introdujo sin tamizado previo en un plato granulador con 70 cm de diámetro y 53 ° de inclinación y se hizo rodar posteriormente durante aproximadamente 10 minutos de manera discontinua con aproximadamente 35 rpm. El material que se había hecho rodar posteriormente se separó por tamizado a través de un tamiz con 250 µm de ancho de malla. La proporción del grano superior ascendía a aproximadamente el 94 %. Para el testeo en los distintos medios se usó de nuevo la fracción de 315 µm a 1250 µm, para comparar siempre los mismos tamaños de partícula entre sí (ejemplo de comparación 3b).

30 Los resultados de estudio de los granulados de los ejemplos de comparación 3a y 3b están resumidos en la tabla 1.

V. Ejemplo 4

35 El polvo de Bayferrox® 110 usado en el ejemplo 3 se mezcló en una mezcladora con las siguientes adiciones durante 15 minutos:

I. 5,0 % de una solución acuosa al 20 % de un poli(alcohol vinílico) parcialmente saponificado con bajo peso molecular

40 II. 3,0 % de una solución acuosa aproximadamente al 35 % de un éter de policarboxilato

III. 3,0 % de una solución acuosa aproximadamente al 30 % de un poliacrilato

45 En cada caso se introdujo 1,0 kg del material separado por tamizado (fracción > 250 µm) del ejemplo de comparación 3a en un plato granulador con 70 cm de diámetro y 53 ° de inclinación y se hizo rodar durante aproximadamente 3 minutos con aproximadamente 34 rpm. Entonces se añadieron en cada caso 0,5 kg de

a) la mezcla I. mencionada anteriormente

50 b) la mezcla II. mencionada anteriormente

c) la mezcla III. mencionada anteriormente

55 en aproximadamente 3 minutos de manera uniforme en el plato granulador giratorio y después se hizo rodar posteriormente la muestra total durante aún 4 minutos (ejemplos 4a a 4c).

Para el testeo en los distintos medios se usó en cada caso la fracción de 315 µm a 1250 µm, para comparar siempre los mismos tamaños de partícula entre sí.

60 Los resultados de estudio de los granulados de los ejemplos 4a a 4c están resumidos en la tabla 1.

65 De la tabla 1 es evidente que se comportan de manera desfavorable los ejemplos de comparación 3a y 3b en todas las propiedades de aplicación técnica sometidas a prueba con excepción de la capacidad de dispersión en plásticos. La capacidad de dispersión en materiales de construcción es insuficiente, dado que también tras un tiempo de mezclado de 100 s resultan únicamente intensidades de color finales del 91 % o bien del 88 %, por tanto los

granulados no se dispersan aún completamente. Mediante la aplicación por granulación pura de una capa exterior, que está constituida por proporción fina compactada y contiene el mismo aditivo que el núcleo compactado, no se muestran por tanto mejoras significativas de las propiedades de aplicación técnica. Los granulados del ejemplo de comparación 3a muestran además aún un comportamiento no satisfactorio en la autolicuefacción. Una suspensión preparada con contenido de sólidos del 60 % si bien es relativamente muy fluida, sin embargo se espesa en el transcurso de un día de manera muy fuerte y finalmente ya no puede manejarse con una viscosidad > 1700 mPas.

Los granulados de los ejemplos 4a a 4c muestran por el contrario en al menos una propiedad de aplicación técnica claras ventajas en comparación con los ejemplos de comparación. Así, el granulado del ejemplo 4a puede dispersarse claramente mejor en materiales de construcción: ya tras un tiempo de mezclado de 70 s se consigue una intensidad de color final del 97 % con respecto al polvo usado. Sin embargo no es adecuado el granulado del ejemplo 4a para la preparación de una suspensión.

Por el contrario se comportan de manera distinta los granulados de los ejemplos 4b y 4c. En la introducción en materiales de construcción si bien consiguen tras un tiempo de mezclado de 100 s únicamente el 90 % o bien el 91 % de intensidad de color y con esto son idénticos con las dos muestras de comparación, sin embargo los granulados de los ejemplos 4b y 4c son muy adecuados para la autolicuefacción. Con el granulado del ejemplo 4b puede prepararse una suspensión con contenido de sólidos del 60 %, que puede usarse aún sin problemas también tras un día de almacenamiento, el granulado del ejemplo 4c permite incluso un contenido de sólidos del 65 %.

VI. Ejemplo de comparación 5

Para la preparación de una mezcla de naranja de óxido de hierro se mezclan Bayferrox® 920 y Bayferrox® 110 en la relación en peso de 3 : 2 en una mezcladora. A esta mezcla se añade un 1,5 % de una solución acuosa al 45 % de polietilenglicol (peso molecular promedio aproximadamente 4000) en una mezcladora y se mezcla durante otros 15 minutos. La mezcla se prensó en un compactador 200/50 con aproximadamente 16 kN (3 kN/cm) y después se trituró en un triturador con un tamiz de 1,5 mm de ancho de malla. El producto triturado se introdujo en porciones de 1,0 kg en un plato granulador con 70 cm de diámetro y 53 ° de inclinación y se hizo rodar posteriormente con aproximadamente 35 rpm hasta que se granuló completamente la proporción fina.

Para el testeo en los distintos medios se usó de nuevo la fracción de 315 µm a 1250 µm para comparar siempre los mismos tamaños de partícula entre sí (ejemplo de comparación 5).

La mezcla de partida naranja descrita anteriormente antes de la adición de la solución de polietilenglicol sirvió en el estudio de la capacidad de dispersión en materiales de construcción como referencia para la intensidad de color. Los resultados de estudio del granulado del ejemplo de comparación 5 están resumidos en la tabla 2.

VII. Ejemplo 6

A 20 kg de amarillo de óxido de hierro Bayferrox® 920 del ejemplo 5 se añadió el 1,5 % de una solución acuosa al 45 % de polietilenglicol (peso molecular promedio aproximadamente 4000) en una mezcladora y se mezcló durante 15 minutos. La mezcla se prensó en un compactador 200/50 (empresa Bepex, Leingarten) con aproximadamente 16 kN (3 kN/cm) y después se trituró en un triturador (empresa Frewitt, Fribourg, Suiza) con un tamiz de 1,5 mm de ancho de malla. El producto triturado se separó por tamizado a través de un tamiz con 250 µm de ancho de malla.

El polvo de Bayferrox® 110 usado en el ejemplo 5 se mezcló en una mezcladora con los siguientes coadyuvantes durante 15 minutos:

I. 4,0 % de una solución al 25 % de caprilato de sodio (disolvente agua : etanol 1 : 1)

II. 3,0 % de una solución acuosa aproximadamente al 30 % de un poliacrilato

III. 3,0 % de una solución acuosa aproximadamente al 30 % de polietilenglicol (peso molecular promedio aproximadamente 20.000)

En cada caso se introdujeron 0,6 kg del granulado de Bayferrox® 920 compactado, triturado y separado por tamizado mencionado anteriormente en un plato granulador con 70 cm de diámetro y 53 ° de inclinación y se hicieron rodar posteriormente con aproximadamente 34 rpm. Después se añadieron en cada caso 0,4 kg de

a) la mezcla I. mencionada anteriormente

b) la mezcla II. mencionada anteriormente

c) la mezcla III. mencionada anteriormente

en aproximadamente 3 minutos de manera uniforme en el plato granulador giratorio, presionándose el polvo por un tamiz con 0,5 mm de ancho de malla (ejemplo 6a a 6c).

5 Para el testeo en los distintos medios se usó en cada caso la fracción de 315 µm a 1250 µm.

Los resultados de estudio de los granulados de los ejemplos 6a a 6c están resumidos en la tabla 2.

Los granulados del ejemplo de comparación 5 no pueden dispersarse satisfactoriamente bien en materiales de construcción.

10 También tras un tiempo de mezclado de 100 s resulta una intensidad de color de únicamente el 80 %, con respecto a la mezcla de partida naranja usada. Los granulados de los ejemplos 6a a 6c muestran por el contrario una capacidad de dispersión claramente mejorada.

15 VIII. Ejemplo 7

En una mezcladora se prepararon las siguientes mezclas de polvo:

20 I. el polvo de Bayferrox[®] 920 usado en el ejemplo 6 para la preparación del núcleo prensado con un 3,0 % de una solución acuosa aproximadamente al 35 % de un éter de policarboxilato

25 II. una mezcla 9 : 1 del polvo de Bayferrox[®] 920 usado en el ejemplo 6 para la preparación del núcleo prensado y un pigmento de azul de ftalocianina (Bayplast[®] Blue, producto comercial de Lanxess Deutschland GmbH) con un 3,0 % de una solución acuosa al 45 % de polietilenglicol (peso molecular promedio aproximadamente 4000).

30 La cantidad indicada a continuación en cada caso del granulado de Bayferrox[®] 920 compactado, triturado y separado por tamizado descrito en el ejemplo 6 se introdujo en un plato granulador con 70 cm de diámetro y 53 ° de inclinación y se hizo rodar aproximadamente con 34 rpm. Entonces se añadió en cada caso la cantidad indicada a continuación de la mezcla I. o bien II. mencionada anteriormente en aproximadamente 3 minutos de manera uniforme en el plato granulador giratorio, presionándose el polvo o bien las mezclas de polvo por un tamiz con 0,5 mm de ancho de malla.

a) 0,6 kg del granulado de Bayferrox[®] 920 compactado, triturado y separado por tamizado y 0,4 kg de la mezcla I.

35 b) 0,8 kg del granulado de Bayferrox[®] 920 compactado, triturado y separado por tamizado y 0,2 kg de la mezcla II.

40 c) 0,6 kg del granulado de Bayferrox[®] 920 compactado, triturado y separado por tamizado y 0,4 kg de la mezcla II.

Para el testeo en los distintos medios se usó en cada caso la fracción de 315 µm a 1250 µm.

Los resultados de estudio de los granulados de los ejemplos 7a a 7c están resumidos en la tabla 3.

Tabla 1

	Humedad residual [%]	Tiempo de derrame [s]	Capacidad de dispersión en material de construcción		Capacidad de dispersión en asfalto	Capacidad de dispersión en pintura de dispersión	Capacidad de dispersión en plástico			Autolicuefacción		
			Intensidad de color [%]/ tiempo de mezclado [s]; referencia: polvo de partida	Distancia de color ΔE_{ab}^* ; referencia: polvo de partida			Valor Δa^* ; referencia: polvo de partida	150 μm de espesor de capa de película húmeda	Dureza de dispersión HD _{PVC-P} [%]	Distancia de color ΔE_{ab}^* ; referencia: hoja homogeneizada de PVC lamina en frío	Contenido en sólidos [%]	Viscosidad tras preparación [mPas]
ejemplo de comparación 1	0,9	37	96 / 85	0,6	0,0	5 / 4 / 1-2	n. d.	n. d.	55	840	820	
ejemplo 2a	0,7	32	94 / 85	0,7	-0,4	5 / 3-4 / 1	n. d.	n. d.	55	460	420	
ejemplo 2b	0,4	31	99 / 55	0,9	0,0	5 / 3-4 / 1	n. d.	n. d.	55	640	600	
ejemplo 2c	0,6	29	97 / 55	0,7	-0,1	5 / 4 / 1	n. d.	n. d.	60	960	840	
ejemplo 2d	0,4	29	97 / 55	0,6	0,0	5 / 4 / 1	n. d.	n. d.	70	300	300	
ejemplo de comparación 3a	0,2	35	91 / 100	1,2	n. d.	n. d.	5	0,9	60	380	1720	
ejemplo de comparación 3b	n. d.	n. d.	88 / 100	2,1	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	n. d.	
ejemplo 4a	1,3	28	97 / 70	1,2	n. d.	n. d.	7	1,1	60	940	> 2000	
ejemplo 4b	0,3	27	90 / 100	1,2	n. d.	n. d.	4	0,7	60	340	880	
ejemplo 4c	0,4	29	91 / 100	1,1	n. d.	n. d.	7	1,0	65	800	620	

Tabla 2

	Humedad residual [%]	Tiempo de derrame [s]	Capacidad de dispersión en material de construcción	
			Intensidad de color [%] / tiempo de mezclado [s]; referencia: mezcla de partida	Distancia de color ΔE_{ab}^* ; referencia: polvo de partida
ejemplo de comparación 5	n. d.	44	80 / 100	3,2
ejemplo 6a	0,1	44	96 / 85	1,0
ejemplo 6b	0,1	36	97 / 70	0,9
ejemplo 6c	0,1	39	99 / 85	1,0

Tabla 3

	Humedad residual [%]	Tiempo de derrame [s]	Capacidad de dispersión en plástico		Autoicuefacción		
			Dureza de dispersión HD _{PVC-P} [%]	ΔE_{ab}^{*} ; referencia: hoja homogeneizada de PVC laminada en frío	Contenido en sólidos [%]	Viscosidad tras preparación [mPas]	Viscosidad tras un día [mPas]
Ejemplo 7a	1,3	42	n. d.	n. d.	30	870	840
ejemplo 7b	0,9	42	2	0,5	n. d.	n. d.	n. d.
ejemplo 7c	0,9	36	3	0,7	n. d.	n. d.	n. d.

"n. d." en las tablas 1 a 3 significa "no determinado".

La figura 1 muestra un registro de microscopía óptica de un granulado naranja de óxido de hierro, en el que el pigmento amarillo de óxido de hierro compactado sirve como fracción de núcleo (designado como "A" en la figura 1), sobre el que se aplicó por granulación un pigmento rojo de óxido de hierro (designado como "B" en la figura 1) como capa exterior. Las partículas de granulado están vertidas en un resina y rectificadas.

5

REIVINDICACIONES

1. Granulados de pigmento para la coloración de materiales de construcción, **caracterizados por que** están constituidos por un núcleo prensado o briquetado y al menos una capa exterior aplicada por granulación, en los que

a) el núcleo contiene al menos un pigmento orgánico, seleccionado del grupo de pigmentos azoicos, de quinacridona, de ftalocianina y de perileno e indigoides, o al menos un pigmento inorgánico, seleccionado del grupo de óxidos de hierro u óxidos de cromo, o mezclas de los mismos así como al menos un coadyuvante y

b) la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación contienen al menos un pigmento orgánico – eventualmente prensado o briquetado – seleccionado del grupo de pigmentos azoicos, de quinacridona, de ftalocianina y de perileno e indigoides o un pigmento inorgánico seleccionado del grupo de óxidos de hierro u óxidos de cromo o mezclas de los mismos, y la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación contienen en cada caso al menos un coadyuvante y

c) en la capa exterior aplicada por granulación o bien las capas exteriores aplicadas por granulación

1) está presente al menos otro coadyuvante distinto que en el núcleo prensado o briquetado o

2) está presente al menos otro pigmento orgánico o inorgánico distinto que en el núcleo prensado o briquetado y está presente al menos otro coadyuvante distinto que en el núcleo prensado o briquetado.

2. Granulados de pigmento, de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizados por que** como coadyuvante se usan agua, sales del grupo de los fosfatos, fosfonatos, carbonatos, sulfatos, sulfonatos, silicatos, aluminatos, boratos, titanatos, formiatos, oxalatos, citratos, tartratos, estearatos, acetatos, polisacáridos, derivados de celulosa, tal como en particular éteres de celulosa o ésteres de celulosa, ácidos fosfonocarboxílicos, silanos modificados, aceites de silicona, aceites de cultivo biológico (en particular aceite de colza, aceite de soja, aceite de germen de maíz, aceite de oliva, aceite de coco, aceite de girasol), petróleo refinados de base parafínica y/o nafténica, aceites preparados de manera sintética, alquifenoles, glicoles, poliéteres, poliglicoles, derivados de poliglicol, copolímeros de óxido de etileno-óxido de propileno, productos de condensación de albúmina-ácido graso, alquilbencenosulfonatos, alquilnaftalenosulfonatos, ligninsulfonatos, poliglicoléteres sulfatados, condensados de melamina-formaldehído, condensados de naftaleno-formaldehído, ácido glucónico, poliácrilatos, éteres de policarboxilato, compuestos de polihidroxi, compuestos de polihidroxiamino o soluciones o mezclas o suspensiones o emulsiones de los mismos.

3. Granulados de pigmento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizados por que** los granulados de pigmento contienen coadyuvantes en una cantidad total del 0,001 % al 10 % en peso, en particular del 0,1 % al 5 % en peso, con respecto a la cantidad total de los pigmentos.

4. Granulados de pigmento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizados por que** al menos el 85 % de los granulados de pigmento presentan un tamaño de partícula en el intervalo de 80 a 3000 μm , en particular en el intervalo de 100 a 1500 μm .

5. Procedimiento para la preparación de granulados de pigmento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que**

a) se mezclan uno o varios pigmentos orgánicos o inorgánicos con uno o varios coadyuvantes,

b) esta mezcla se somete al menos a una etapa de prensado o briquetado para obtener costras,

c) estas costras se trituran en al menos una etapa en gérmenes y polvo,

d) se separan los gérmenes del polvo, sirviendo la fracción superior a 80 μm , en particular superior a 100 μm como fracción de núcleo y eventualmente

(i) se somete a una etapa de redondeo y/o

(ii) se reviste con uno o varios coadyuvantes,

en el que la etapa d1)(ii) puede tener lugar también antes de d1)(i), o bien las dos etapas pueden tener lugar también simultáneamente y el producto obtenido permanece en el proceso de producción, mientras que la otra fracción se excluye del proceso o se reconduce,

e) y sobre el producto obtenido se aplica por granulación al menos una capa exterior con adición de uno o varios pigmentos orgánicos o inorgánicos o mezclas de los mismos mediante rodadura posterior, en donde

(i) el o los pigmentos orgánicos o inorgánicos o mezclas se mezclaron previamente con uno o varios coadyuvantes, y/o

(ii) durante la rodadura posterior se añaden uno o varios coadyuvantes y/o

(iii) el o los pigmentos orgánicos o inorgánicos o bien la mezcla de pigmentos orgánicos o inorgánicos y al menos un coadyuvante se sometieron previamente a una o varias etapas de prensado o briquetado,

para obtener un granulado que se ha hecho rodar posteriormente y

f) el granulado que se ha hecho rodar posteriormente así se reviste eventualmente una vez o varias veces con

coadyuvantes.

- 5 6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado por que** la etapa de prensado o briqueteado b) se realiza por medio de una prensa de cilindros o una prensa de matrices y con fuerzas lineales de 0,1 a 50 kN/cm, en particular de 0,1 a 20 kN/cm.
- 10 7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado por que** en la etapa c) se realiza la trituración mediante un tamiz de paso con un ancho de malla de 0,5 a 4 mm, en particular de 1 a 2 mm, como unidad de trituración.
- 15 8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado por que** antes de la trituración en la etapa c) se separan las costras de b) en dos fracciones, la fracción gruesa, en la que al menos el 85 % de las partículas son superiores a 500 μm , en particular son superiores a 600 μm , se alimenta a la etapa c) y se tritura en una o varias etapas y la fracción fina se añade a la etapa d1), para que se separe otra vez en la etapa d1), de manera separada de o de manera conjunta con los gérmenes y el polvo de la etapa c), en dos o varias fracciones y para formar la fracción de núcleo.
- 20 9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado por que** los gérmenes y el polvo del producto triturado de la etapa c) se separan en la etapa d1) en dos fracciones, en donde la proporción fina inferior a 80 μm , en particular inferior a 250 μm , se excluye o se reconduce al proceso y la fracción gruesa superior a 80 μm , en particular superior a 250 μm , sirve como fracción de núcleo.
- 25 10. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado por que** los gérmenes y el polvo del producto triturado de la etapa c) se separan en la etapa d1) en tres fracciones, en donde la proporción fina y la proporción gruesa se excluyen o se reconducen y la fracción media en el intervalo de 80 a 2000 μm , en particular de 250 a 1000 μm , sirve como fracción de núcleo.
- 30 11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado por que** antes de la etapa e) se separa la fracción de núcleo de la etapa d1) en dos fracciones, en donde la proporción fina o la proporción gruesa se excluyen o se reconducen y la fracción en el intervalo de 80 a 2000 μm , en particular en el intervalo de 100 a 1500 μm , se alimenta a la etapa e).
- 35 12. Uso de los granulados de pigmento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 4 para la coloración de materiales de construcción, tal como hormigón, mortero, enfoscados y asfalto, y para la coloración de medios orgánicos, tal como lacas, plásticos y pastas de color, y para la preparación de pinturas de dispersión y suspensiones.

Fig.1

