

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 736 291**

51 Int. Cl.:

C09C 1/36 (2006.01)

C09C 3/06 (2006.01)

C09C 3/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.12.2014 PCT/EP2014/003323**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.06.2015 WO15090541**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.12.2014 E 14828446 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.05.2019 EP 3083838**

54 Título: **Procedimiento para el revestimiento superficial de partículas inorgánicas, en particular partículas de pigmento de dióxido de titanio**

30 Prioridad:

17.12.2013 EP 13005849

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

27.12.2019

73 Titular/es:

**KRONOS INTERNATIONAL, INC. (100.0%)
Peschstr. 5
51373 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es:

**HOMMES, CORINNA;
FRIEDRICH, JÖRG;
FRAHM, HEIKO y
WILKENHÖNER, UWE**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 736 291 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 el revestimiento superficial de partículas inorgánicas, en particular partículas de pigmento de dióxido de titanio

Campo de la invención

- 5 La invención se refiere a un procedimiento para el revestimiento superficial de partículas de cuerpo sólido inorgánicas en una suspensión acuosa. Ésta se refiere en especial al revestimiento de partículas de pigmento de dióxido de titanio con dióxido de silicio y óxido de aluminio.

Antecedentes tecnológicos de la invención

- 10 Las partículas de cuerpo sólido finamente divididas inorgánicas se revisten superficialmente en muchos casos para modificar determinadas propiedades, como por ejemplo resistencia a la abrasión, carga superficial, propiedades dispersantes, estabilidad a ácido o luz. A modo de ejemplo, el documento US 2 885 366 describe la aplicación de un revestimiento de dióxido de silicio denso sobre partículas de sustrato, como polvo de níquel o hierro, fibras de vidrio o dióxido de titanio. Los pigmentos de color y blancos se revisten regularmente con diversos óxidos e hidróxidos (por ejemplo EP 0 130 272 A1, US Re. 27818).

- 15 El tratamiento superficial (tratamiento posterior), en especial de pigmentos de TiO_2 , tiene lugar habitualmente en la fase acuosa, precipitándose óxidos, hidróxidos, fosfatos metálicos o compuestos similares sobre la superficie de las partículas. El procedimiento se controla habitualmente como proceso discontinuo en un depósito de agitación, como se da a conocer, por ejemplo, en el documento GB 1 340 045. Partiendo de una suspensión acuosa de partículas de pigmento se añaden correspondientes sales metálicas en forma disuelta como los denominados compuestos
20 precursores. El valor de pH de la suspensión se ajusta entonces con sustancias alcalinas o ácidas, de modo que los compuestos precursores precipitan como óxidos, hidróxidos, etc. A modo de ejemplo, el documento GB 1 340 045 da a conocer un procedimiento discontinuo para el revestimiento superficial de pigmento de dióxido de titanio, sometiéndose el pigmento en una suspensión a una agitación intensiva en un recipiente de agitación durante hasta dos horas, mientras que se añaden y precipitan las sustancias de revestimiento. El documento WO 2009/146834
25 describe igualmente un procedimiento discontinuo para el revestimiento superficial de pigmentos de TiO_2 , homogeneizándose el pigmento con los compuestos precursores por medio de un aparato de dispersión, antes de transportarse a un recipiente separado, y revistiéndose el pigmento en el mismo.

- No obstante, debido al volumen del depósito de agitación relativamente grande y de las posibilidades de agitación limitadas, en la adición de compuestos precursores se pueden producir gradientes de concentración, pH, viscosidad y temperatura locales, que afectan al resultado de revestimiento de partículas de dióxido de titanio. El revestimiento
30 resultante presenta una densidad irregular, o bien un grosor irregular. Por lo demás, se producen aglomeraciones de partículas en la suspensión, de modo que las sustancias de revestimiento precipitadas no envuelven la partícula individual, sino frecuentemente un aglomerado. Los aglomerados se rompen de nuevo en la molturación en seco final, de modo que no todas las partículas en el producto final están provistas de una envoltura cerrada, sino que las
35 partículas presentan también proporciones de superficie no revestidas. Además, una parte de las sustancias de revestimiento no se fija a la superficie de las partículas, sino que forma escamas junto a las partículas. Estas escamas ya no se pueden eliminar de la suspensión y afectan negativamente a las propiedades ópticas de los pigmentos, por ejemplo en el poder de aclarado, o bien la intensidad de teñido (tinting strength TS). Una ventaja del proceso discontinuo habitual en un depósito de agitación es el tiempo de residencia adaptado a la cinética de reacción. Por el
40 contrario, es un inconveniente que los perfiles de temperatura durante el proceso de revestimiento no son realizables con un gasto razonable.

- Una mejora del proceso discontinuo conocido para el revestimiento de dióxido de titanio en un depósito de agitación es el empleo de una cascada de calderas de agitación. En este caso, los compuestos precursores de los óxidos inorgánicos se añaden respectivamente en un depósito de agitación menor con posibilidades de agitación mejoradas.
45 El documento US 6 695 906 B2 describe tal procedimiento, en el que el pigmento de TiO_2 está revestido con SiO_2 y Al_2O_3 . En este caso, la adición del componente de SiO_2 soluble se efectúa en tres pasos en tres recipientes de tratamiento sucesivos, en los que se presenta un valor de pH diferente respectivamente. En este caso, la adición del componente de SiO_2 se efectúa directamente en el recipiente de tratamiento o inline en la tubería de transporte. No obstante, también en este caso se presentan gradientes de concentración, pH, viscosidad y temperatura locales, que conducen a un revestimiento de las partículas de dióxido de titanio de densidad irregular, o bien de grosor irregular.
50 También se mantiene el inconveniente de que los perfiles de temperatura son difíciles de realizar.

- Una segunda mejora del proceso discontinuo conocido para el revestimiento de dióxido de titanio en un depósito de agitación es un proceso completamente continuo en un reactor tubular. En este caso, los compuestos precursores de los óxidos inorgánicos se añaden respectivamente a un reactor tubular con posibilidades de agitación ideales
55 (mezclador inline o aparato de dispersión inline). La adición de compuestos precursores se efectúa casi en el plano molecular, es decir, los compuestos precursores que se hacen reaccionar y las partículas de dióxido de titanio a revestir se reúnen y se mezclan de manera ideal en el espacio más estrecho. De este modo se evitan gradientes de concentración, pH, viscosidad y temperatura locales. Tal procedimiento se da a conocer, por ejemplo, en el documento

US 5 993 533, donde el pigmento de dióxido de titanio se reviste en dos etapas de maduración sucesivas con SiO₂ y Al₂O₃. El compuesto precursor se añade a un mezclador inline a la suspensión de TiO₂. La suspensión se transporta a continuación a un depósito, y la sustancia de revestimiento se precipita a 80 hasta 100°C y a valores de pH de > 9,5, o bien < 8,5.

5 El documento US 2009/0297852 A1 describe igualmente un proceso continuo para el revestimiento de partículas inorgánicas, añadiéndose los compuestos precursores a la suspensión directamente antes de un o en un aparato de dispersión inline, y homogeneizándose la suspensión. A continuación, la suspensión se transporta a un depósito y la sustancia de revestimiento se precipita.

10 El documento DE 10 2006 059 849 A1 da a conocer un procedimiento de revestimiento, añadiéndose la sustancia precursora a la suspensión directamente antes de o en un molino de mecanismo agitador, y teniendo lugar a continuación la precipitación de la sustancia de revestimiento en un depósito.

15 El proceso completamente continuo permite la realización de perfiles de temperatura. Sin embargo, es desfavorable que un tiempo de residencia adaptado a la cinética de reacción se puede realizar solo mediante un tubo, en caso dado muy largo, evitando la formación de un perfil de circulación laminar, o mediante un depósito de tiempo de residencia correspondientemente grande. Otro inconveniente del proceso completamente continuo consiste en que, en el caso de control de proceso muy ideal, no se puede excluir un entremezclado de los óxidos inorgánicos individuales con los materiales de revestimiento aplicados a continuación y, por consiguiente, se producen capas de óxidos mixtos en lugar de capas de óxidos separadas.

Tarea y descripción breve de la invención

20 La invención toma como base la tarea de poner a disposición un procedimiento para el revestimiento de partículas inorgánicas, que supere los inconvenientes de procedimientos conocidos, por ejemplo de modo que tanto se asegure la homogeneización de la suspensión, como también se evite sensiblemente una formación de aglomerado.

25 La tarea se soluciona mediante un procedimiento para el revestimiento de partículas inorgánicas en una suspensión acuosa con al menos una sustancia de revestimiento, caracterizado por que la suspensión acuosa se transporta en circuito y en el circuito está presente un recipiente, estando equipado el recipiente con un mecanismo agitador de alto rendimiento, que presenta una velocidad periférica de al menos 15 m/s o un rendimiento de mecanismo agitador específico P/V de al menos 30 W/m³, y estando instalado en el circuito además un mezclador de flujo basado en el principio rotor-estator, y dosificándose en el mezclador de flujo un compuesto precursor hidrosoluble de la sustancia de revestimiento, al menos una.

30 En las reivindicaciones subordinadas se describen otras realizaciones ventajosas de la invención.

Figuras

Figura 1: diagrama de flujo del procedimiento según la invención

Figura 2: imagen al microscopio electrónico de transmisión del pigmento según el Ejemplo 1

Figura 3: imagen al microscopio electrónico de transmisión del pigmento según el Ejemplo 3

35 Figura 4: imagen al microscopio electrónico de transmisión del pigmento según el Ejemplo comparativo 3

Descripción de la invención

40 Todos los datos dados a conocer a continuación respecto a tamaño, tiempo, temperatura, cantidad de componente, concentración en % en peso, valor de pH, etc, se deben entender de modo que estén comprendidos concomitantemente todos los valores que se sitúan en el intervalo de la respectiva precisión de medición conocida por el especialista. Si no se indica lo contrario, en los ejemplos se emplearon calidades técnicas de las diferentes sustancias. La expresión "esencialmente exento de" significa que no se identificó la sustancia especial en el caso de empleo de tests y métodos comerciales estándar que se emplearon en el momento de prioridad más temprano de esta solicitud en la industria (es decir, está por debajo del límite de identificación).

45 El procedimiento según la invención parte de una suspensión acuosa de partículas de cuerpo sólido inorgánicas no tratadas, que también se denominan cuerpo básico en lo que sigue. Son apropiados cuerpos básicos finamente divididos inorgánicos con un tamaño de partícula en el intervalo de 0,001 µm a 1 mm, preferentemente 0,1 a 1 µm, que se elaboran en suspensiones acuosas, como por ejemplo pigmentos (dióxido de titanio, pigmentos de color, pigmentos de efecto, etc.), cargas, titanatos, partículas de hierro, níquel u otras partículas metálicas. Como revestimiento entran en consideración óxidos, hidróxidos, fosfatos y compuestos similares de los elementos conocidos
50 Si, Ti, Al, Zr, Sn, Mn, Ce y otros elementos. En este caso y a continuación, también se debe entender por "óxido" el respectivo hidróxido u óxido hidratado. En especial se trata de revestimientos inorgánicos.

En una realización especial de la invención se emplean partículas de pigmento de dióxido de titanio no tratadas (cuerpo básico de TiO₂). Se pueden emplear cuerpos básicos de TiO₂ producidos tanto según el procedimiento de sulfato

como según el procedimiento de cloruro. El cuerpo básico de TiO_2 puede tener estructura de anatasa o rutilo. Es preferente rutilo. Para la mejora de la fotoestabilidad del pigmento de TiO_2 , el cuerpo básico de TiO_2 está dotado de elementos conocidos, como por ejemplo Al. Por ejemplo, en el procedimiento de cloruro se oxida una cantidad de $AlCl_3$ junto con $TiCl_4$, de tal manera que el cuerpo básico de TiO_2 presenta aproximadamente 0,5 a 2,0 % en peso de Al, calculado como Al_2O_3 . En la producción de dióxido de titanio según el procedimiento de sulfato, el sulfato de titanilo hidrolizado se mezcla con aditivos de calcinación, como por ejemplo hidróxido potásico o ácido fosfórico, y se calcina a continuación. En general, el cuerpo básico de TiO_2 del procedimiento de sulfato contiene aproximadamente 0,2 a 0,3 % en peso de K, así como 0,05 a 0,4 % en peso de P, calculado respectivamente como óxido.

Las partículas no tratadas, en especial cuerpos básicos de TiO_2 , se amasan para dar una suspensión acuosa. Habitualmente se añade un agente dispersante a la suspensión. Los agentes dispersantes apropiados son conocidos por el especialista. A modo de ejemplo, en la desaglomeración de cuerpos básicos de TiO_2 en molinos de perlas se emplean preferentemente silicato sódico o hexametáfosfato sódico como agente dispersante. La concentración de agente dispersante se sitúa habitualmente en el intervalo de 0,05 a 5,0 kg/g de TiO_2 .

También el valor de pH de la suspensión se ajusta habitualmente en función del tipo de partícula y del agente dispersante. A modo de ejemplo, en la desaglomeración de cuerpos básicos de TiO_2 a partir del procedimiento de cloruro, el valor de pH se ajusta a valores de aproximadamente 9 a 12, o a valores de aproximadamente 2 a 5. La temperatura de las suspensiones de cuerpos básicos de TiO_2 se sitúa en general en aproximadamente 40 a 80°C.

Habitualmente, la suspensión se desaglomera a continuación, a modo de ejemplo en molinos de mecanismos de agitación, como molinos de perlas o molinos de arena, o en molinos ultrasónicos.

En la Figura 1 se representa esquemáticamente una realización del procedimiento según la invención para el tratamiento superficial (tratamiento posterior) de partículas inorgánicas: la suspensión de partículas desaglomerada acuosa (2) se transporta (se bombea) de un recipiente de alimentación (recipiente) (1) en un proceso de circulación (3). En el recipiente de alimentación se encuentra un mecanismo de agitación de alto rendimiento (4). El mecanismo de agitación de alto rendimiento presenta una velocidad periférica mínima de 15 m/s o un rendimiento de agitación específico P/V de al menos 30 W/m^3 , siendo P = rendimiento del mecanismo de agitación y V = volumen del recipiente. El rendimiento de agitación de alto rendimiento se basa, por ejemplo, en el principio rotor-estator, y es preferentemente un mezclador de haz conductor. Un mezclador de haz conductor posibilita un mezclado intensivo en macro- y en microescala. Por lo demás son apropiados agitadores de disco dentado o agitadores de palas oblicuas de alto rendimiento. En el circuito (3) se instala además un mezclador de flujo (por ejemplo mezclador dispersante inline) (5), que se basa igualmente en el principio rotor-estator. Los compuestos precursores hidrosolubles de las sustancias de revestimiento (6), así como las sustancias reguladoras de pH (7) necesarias en caso dado, se dosifican en el mezclador de flujo (5). De este modo se minimizan gradientes de concentración, pH, viscosidad y temperatura locales en la suspensión. Por lo demás se integran sondas de pH (8) en el circuito (3) y el recipiente (1).

Para el revestimiento de las partículas con dióxido de silicio, habitualmente se emplea silicato sódico o silicato potásico como compuesto precursor hidrosoluble. Por lo demás, según la invención también se pueden emplear compuestos organometálicos, como por ejemplo alcoxisilanos como compuestos precursores para el revestimiento con SiO_2 . El dióxido de silicio se puede precipitar como revestimiento poroso o como cubierta densa sobre la superficie de las partículas. Según la invención, las partículas se pueden revestir con las cantidades de dióxido de silicio empleadas en general, por ejemplo con aproximadamente 1 a 20 % en peso de SiO_2 en el caso de partículas de pigmento de TiO_2 .

Como compuesto precursor para el revestimiento con óxido de aluminio se emplean habitualmente sales de aluminio hidrosolubles, como aluminato sódico, sulfato de aluminio, cloruro de aluminio, etc. Estos compuestos son conocidos por el especialista, en especial por la extensa literatura de patentes respecto revestimiento superficial (tratamiento posterior) de dióxido de titanio. Según la invención, las partículas se pueden revestir con las cantidades de óxido de aluminio empleadas habitualmente, por ejemplo con aproximadamente 0,5 a 10 % en peso de Al_2O_3 en el caso de partículas de pigmento de TiO_2 .

Después de que la suspensión haya pasado por el mezclador de flujo (por ejemplo dispersador inline), ésta se transporta a través del recipiente de alimentación y posteriormente en circuito. Con el entremezclado mejor, las fuerzas de cizallamiento elevadas introducidas en el recipiente de alimentación a través del mezclador de haz conductor aseguran igualmente una minimización de los gradientes de concentración, pH, viscosidad y temperatura locales en la suspensión.

Según la invención son realizables diferentes condiciones de precipitación de la sustancia de revestimiento. A modo de ejemplo se puede realizar una precipitación controlada cinéticamente de dióxido de silicio a partir de silicato sódico para la formación de una cubierta densa. A tal efecto, las sustancias reguladoras de pH se dosifican en el mezclador de flujo (por ejemplo dispersador inline), y la precipitación de SiO_2 tiene lugar aplazada temporalmente durante la entrada continua de energía de cizallamiento en el procedimiento de circuito. Una aglomeración de las partículas de TiO_2 durante la modificación del valor pH necesaria para la precipitación se minimiza mediante la entrada de energía de cizallamiento elevada continua. Por el contrario, la precipitación, por ejemplo, de Al_2O_3 a un valor de pH estable tiene lugar directamente tras adición de las sustancias reguladoras de pH y entremezclado en el mezclador de flujo (por ejemplo dispersador inline).

Además, con el procedimiento según la invención es posible dirigir el proceso de revestimiento con un perfil de temperaturas. En este tipo de procedimiento, por ejemplo el recipiente de alimentación dispone de una camisa doble, a través de la cual el recipiente se puede calentar con vapor, o enfriar con agua de refrigeración, o bien a través de un cambiador de calor. En caso dado, también se puede regular la temperatura del conducto de transporte con un cambiador de calor.

En una realización especial de la invención, la cubierta de SiO_2 se precipita sobre las partículas a una temperatura de aproximadamente 85 a 95°C, de modo preferente a aproximadamente 90°C, y la subsiguiente capa de Al_2O_3 se precipita a una temperatura de aproximadamente 45 a 55°C, de modo preferente a aproximadamente 50°C.

A continuación de la precipitación, la suspensión se ajusta a un valor de pH de aproximadamente 5 a 7, se bombea, y las partículas revestidas se separan de la suspensión tras procedimientos conocidos, en caso dado se lavan, se secan y se molturan finamente. Al final del procedimiento, las partículas presentan preferentemente un valor de pH de menos de 6,5.

El procedimiento según la invención se diferencia de los procedimientos conocidos del estado de la técnica en especial por que tiene lugar una entrada de cizallamiento elevada tanto durante la dosificación del compuesto precursor y la homogeneización de la suspensión, como también durante la precipitación de la sustancia de revestimiento, ya que la suspensión se transporta continuamente en circuito. Esto se refiere en medida especial a la precipitación de capas de SiO_2 , cuya formación – gruesa o porosa – está determinada en gran medida por la cinética de reacción.

Frente a los procedimientos conocidos del estado de la técnica, el procedimiento según la invención ofrece las siguientes ventajas: debido a las entradas de energía de cizallamiento acrecentadas, que se pueden realizar mediante el mecanismo de agitación de alto rendimiento en el recipiente de alimentación y el mezclador de flujo a base de rotor-estator (por ejemplo dispersador inline) en el sistema de circulación, es posible una homogeneización mejorada de la suspensión. Además se pueden minimizar viscosidades elevadas, que conducen, bajo ciertas circunstancias, al espesado de la suspensión y a correspondientes dificultades de elaboración. La entrada de energía de cizallamiento elevada puede conducir además a una división de aglomerados de partículas, que se forman en el transcurso del proceso de tratamiento posterior también debido a la evolución de pH.

Con ayuda del régimen de circulación según la invención, durante el tratamiento posterior se pueden realizar perfiles de temperatura reduciéndose, por ejemplo, la temperatura en tiempo controlable durante el tratamiento posterior. No es obligatoriamente necesaria una temperatura fija durante el proceso total. Además, se pueden realizar dos zonas de precipitación diferentes. Mientras que una precipitación controlada por vía cinética tiene lugar aplazada temporalmente tras la dosificación y el mezclado, una precipitación a valor de pH constante puede tener lugar inmediatamente tras la dosificación en el cabezal de dispersión del mezclador de flujo (por ejemplo dispersador inline). El procedimiento según la invención posibilita la formación de capas separadas, sucesivas, sobre la superficie de partículas. Además, mediante el empleo de dos recipientes de alimentación instalados paralelamente se puede realizar un régimen pendular, con lo cual se mejora la formación de capas separadas.

En una realización alternativa de la invención, las partículas se desaglomeran en la suspensión antes de su introducción en el circuito, transportándose la suspensión a través de un molino, por ejemplo un molino de mecanismo agitador, como molino de perlas o molino de arena, o un molino ultrasónico. En esta realización, la suspensión se introduce en el circuito, en lugar del recipiente de alimentación, directamente antes del mezclador de flujo. La suspensión se transporta entonces a través del mezclador de flujo, donde – como se describe anteriormente – el compuesto precursor hidrosoluble se dosifica a una sustancia de revestimiento. Los demás pasos de procedimiento corresponden a los pasos de procedimiento descritos anteriormente. Tan pronto la suspensión ha pasado el mezclador de flujo (por ejemplo mezclador de dispersión inline), ésta se bombea a través del recipiente de alimentación y se devuelve al circuito. La precipitación de la sustancia de revestimiento se realiza igualmente mediante dosificación de las sustancias reguladoras de pH en el mezclador de flujo. Finalmente, la suspensión se ajusta a un valor de pH de aproximadamente 5 a 7, se bombea, y las partículas revestidas se separan de la suspensión, en caso dado se lavan, se secan y se molturan finamente con métodos conocidos. Una ventaja adicional de esta forma alternativa de realización de la invención consiste en que se puede prescindir de un agente dispersante.

Ejemplos

A continuación se explica la invención más detalladamente por medio de ejemplos, sin que éstos se deban entender como limitación de la invención. Los datos cuantitativos se refieren respectivamente al cuerpo básico de TiO_2 .

Ejemplo 1

Se pusieron a disposición 224 l de una suspensión de cuerpo básico de dióxido de titanio del procedimiento de cloruro con un contenido en producto sólido de 450 g/l en un recipiente de alimentación (1) con mecanismo de agitación de alto rendimiento (4). La suspensión se bombeó con 500 l/h 40 min en el circuito (3) a través del dispersador inline (5) y el recipiente (1). Durante el proceso de circulación se calentó la suspensión a 90°C y se ajustó el valor de pH a 10 mediante adición de NaOH (7). A continuación se dosificó 2,0 % en peso de SiO_2 en forma de disolución de silicato sódico (correspondientemente a 17,7 l con una concentración de principio activo de 115 g/l) en el intervalo de 20 min

(6). A continuación se bombeó ulteriormente 20 min, formándose la cubierta de SiO₂ sobre la superficie de las partículas.

5 Para la reducción del valor de pH, a continuación se añadió 0,2 % en peso de TiO₂ en forma de disolución de cloruro de titanilo (correspondientemente a 1,5 litros con una concentración de principio activo de 140 g/l), y a continuación HCl al 30 % (7), de modo que se había alcanzado un valor de pH de 7,5 después de 100 min y un valor de pH de 4 después de 120 min.

10 A continuación se enfrió la suspensión a 50°C en el intervalo de aproximadamente 20 min. A continuación se dosificó 3,0 % en peso de Al₂O₃ en forma de disolución de aluminato sódico (correspondientemente a 10,4 l con una concentración de principio activo de 293 g/l) (6) con adición simultánea de HCl al 30 % (7) en el intervalo de 30 min, de modo que el valor de pH permanecía constante a aproximadamente 4. A continuación se ajustó el valor de pH a un valor en el intervalo 5 a 8 mediante adición de 0,2 % en peso de Al₂O₃ en forma de disolución de aluminato sódico, así como de NaOH.

La suspensión se bombeó, se filtró, se lavó, se secó y se molturó en un molino de chorro de vapor.

Ejemplo comparativo 1a

15 Como el Ejemplo 1, pero con la diferencia de que no se bombeó en circuito, y los compuestos precursores hidrosolubles se añadieron directamente al recipiente de alimentación (1).

Ejemplo comparativo 1b

Como el Ejemplo comparativo 1a, pero con la diferencia de que, en el recipiente de alimentación (1), se instaló un agitador propulsor en lugar del mezclador de haz conductor.

20 Los pigmentos de TiO₂ generados se analizaron bajo el microscopio electrónico de transmisión (Fig. 2), y se sometieron a ensayo la superficie específica (BET), solubilidad de ácido sulfúrico y brillo (HMG) (Tab. 1).

Tabla 1

	BET	Solubilidad en ácido sulfúrico	Brillo (HMG)
Ejemplo 1	9,0 m ² /g	10,0 % en peso	76
Ejemplo comparativo 1a	9,5 m ² /g	16,2 % en peso	74
Ejemplo comparativo 1b	10,0 m ² /g	16,0 % en peso	72

Ejemplo 2

25 Como el Ejemplo 1, pero con la diferencia de que se dosificaron 2,8 % en peso de SiO₂ en lugar de 2,0 % en peso y 2,3 % en peso de Al₂O₃ en lugar de 3,0 % en peso en forma del correspondiente compuesto precursor.

Ejemplo comparativo 2

30 Como el Ejemplo 2 pero con la diferencia de que no se bombeó en circuito, y los compuestos precursores hidrosolubles se añadieron directamente al recipiente de alimentación (1), y en el recipiente de alimentación (1) en lugar del mezclador de haz conductor se instaló un agitador propulsor.

Los pigmentos de TiO₂ generados se analizaron bajo el microscopio electrónico de transmisión, y se sometieron a ensayo la superficie específica (BET) y la solubilidad de ácido sulfúrico (Tab. 2).

Tabla 2

	BET	Solubilidad en ácido sulfúrico
Ejemplo 2	9,4 m ² /g	5,9 % en peso
Ejemplo comparativo 2	11,1 m ² /g	8,2 % en peso

Ejemplo 3

35 Como el Ejemplo 2, pero con la diferencia de que el proceso se realizó a una temperatura unitaria de 80°C.

Ejemplo comparativo 3

Como el Ejemplo 3, pero con la diferencia de que no se bombeó en circuito, y los compuestos precursores hidrosolubles se añadieron directamente al recipiente de alimentación (1), y en el recipiente de alimentación (1) en lugar del mezclador de haz conductor se instaló un agitador propulsor.

- 5 Los pigmentos de TiO₂ generados se analizaron bajo el microscopio electrónico de transmisión (Ej. 3 = Fig. 3. Ej. Comp. 3 = Fig. 4), y se sometieron a ensayo la superficie específica (BET) y la solubilidad de ácido sulfúrico (Tab. 3).

Tabla 3

	BET	Solubilidad en ácido sulfúrico
Ejemplo 3	12,2 m ² /g	8,2 % en peso
Ejemplo comparativo 3	15,1 m ² /g	12,6 % en peso

Métodos de ensayo

- 10 Superficie específica según BET (Brunauer-Emmett-Teller):

La superficie según BET se mide con un Tristar 3000 de la firma Micromeritics según el principio volumétrico estáticamente.

Solubilidad en ácido sulfúrico:

- 15 Se mantiene 60 min a 175°C una suspensión de 500 mg de pigmento en 25 ml de ácido sulfúrico concentrado (96 % en peso). Tras filtración se determina el TiO₂ disuelto en el filtrado por medio de espectrometría de emisión atómica ICP. Cuanto menor es la concentración de TiO₂ disuelto, tanto más densa es la cubierta de SiO₂ en la superficie de pigmento.

Brillo (HMG):

- 20 El pigmento se dispersa con una máquina de frotamiento de pintura (Muller) en Alkydal F26 X 60 % de Bayer. Se extiende una muestra de suspensión con un PVK de 27 % con un extensor de película sobre una placa de vidrio. Tras el secado de la película extendida se mide el brillo (20°) con un reflectómetro haze-gloss.

Con ayuda del microscopio electrónico de transmisión (TEM) se puede hacer visible el revestimiento de las partículas de dióxido de titanio.

Conclusión

- 25 En comparación con procedimientos del estado de la técnica, el procedimiento según la invención conduce a revestimientos superficiales de brillo más elevado (baja superficie específica según BET) y densidad mejorada (baja solubilidad en ácido sulfúrico). Además se precipita menos sustancia de revestimiento por separado (brillo mejorado).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el revestimiento de partículas inorgánicas en una suspensión acuosa con al menos una sustancia de revestimiento, caracterizado por que
5 la suspensión acuosa de partículas se transporta en circuito, y estando presente un recipiente en el circuito, estando equipado el recipiente con un mecanismo de agitación de alto rendimiento que presenta una velocidad periférica de al menos 15 m/s o un rendimiento de agitación específico de al menos 30 W/m³, y estando instalado en el circuito además un mezclador de flujo basado en el principio rotor-estator, y dosificándose en el mezclador de flujo un compuesto precursor hidrosoluble de la sustancia de revestimiento, al menos una.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que
10 las partículas inorgánicas son partículas de dióxido de titanio.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que las partículas se revisten con dióxido de silicio y/u óxido de aluminio.
4. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el recipiente se puede calentar, o bien refrigerar.
- 15 5. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el revestimiento con dióxido de silicio tiene lugar a una temperatura de 85 a 95°C.
6. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el revestimiento con óxido de aluminio tiene lugar a una temperatura de 45 a 55°C.
7. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por que
20 el revestimiento de dióxido de silicio está configurado como cubierta densa.
8. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que las sustancias reguladoras de pH, necesarias en caso dado, se dosifican en la suspensión a través del mezclador de flujo.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por que
25 se emplea cloruro de titanilo como sustancia reguladora de pH.
10. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que las partículas revestidas inorgánicas presentan un valor de pH de menos de 6,5 al final del procedimiento.
11. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que la suspensión se introduce en el circuito a través del recipiente.
- 30 12. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que la suspensión se introduce en el circuito antes del mezclador de flujo.
13. Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado por que las partículas inorgánicas se desaglomeran antes de la introducción en el circuito, transportándose la suspensión a través de un molino.
- 35 14. Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado por que no se añade un agente dispersante a la suspensión.

Figura 1

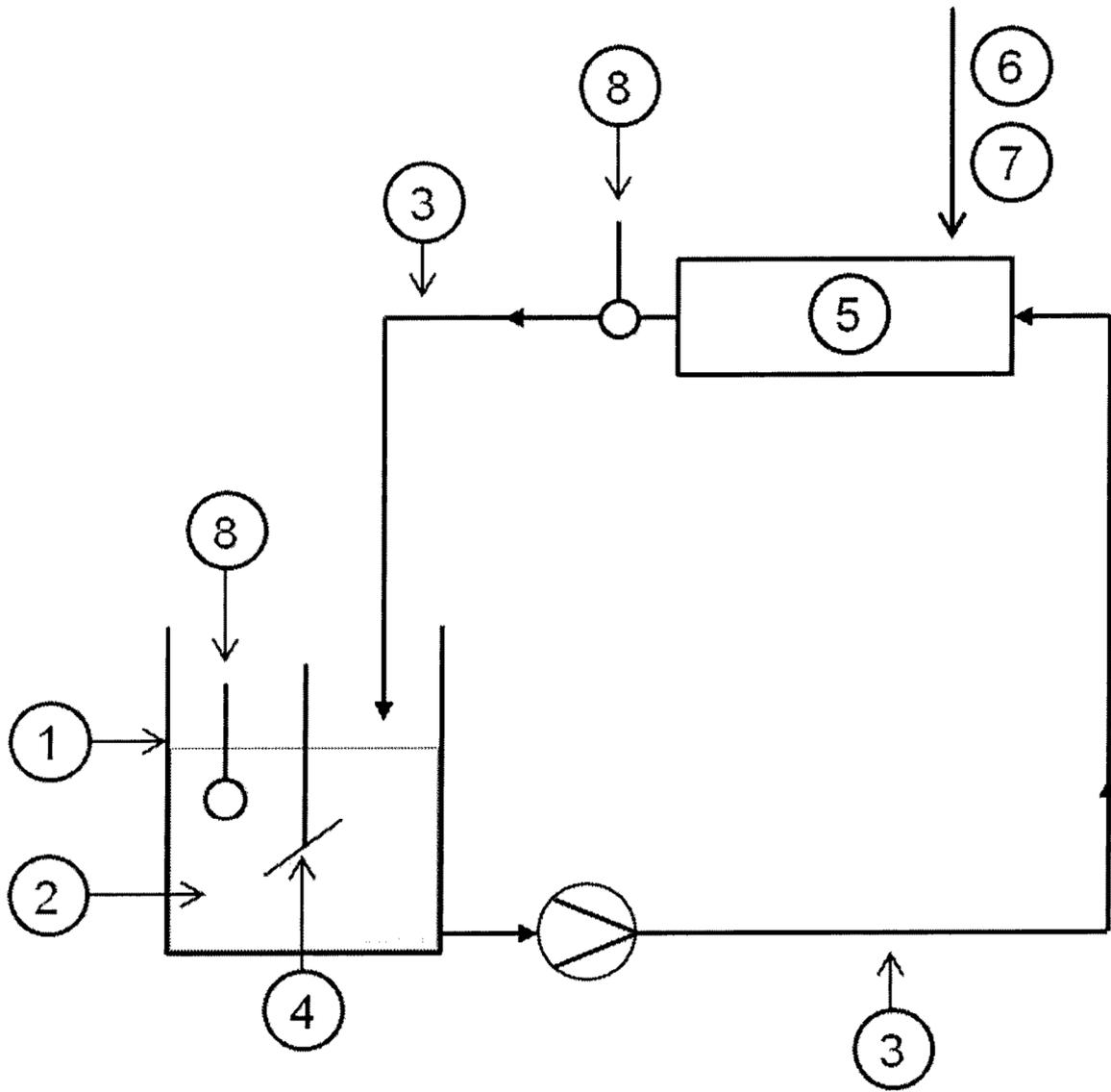


Figura 2

TG 238 WO

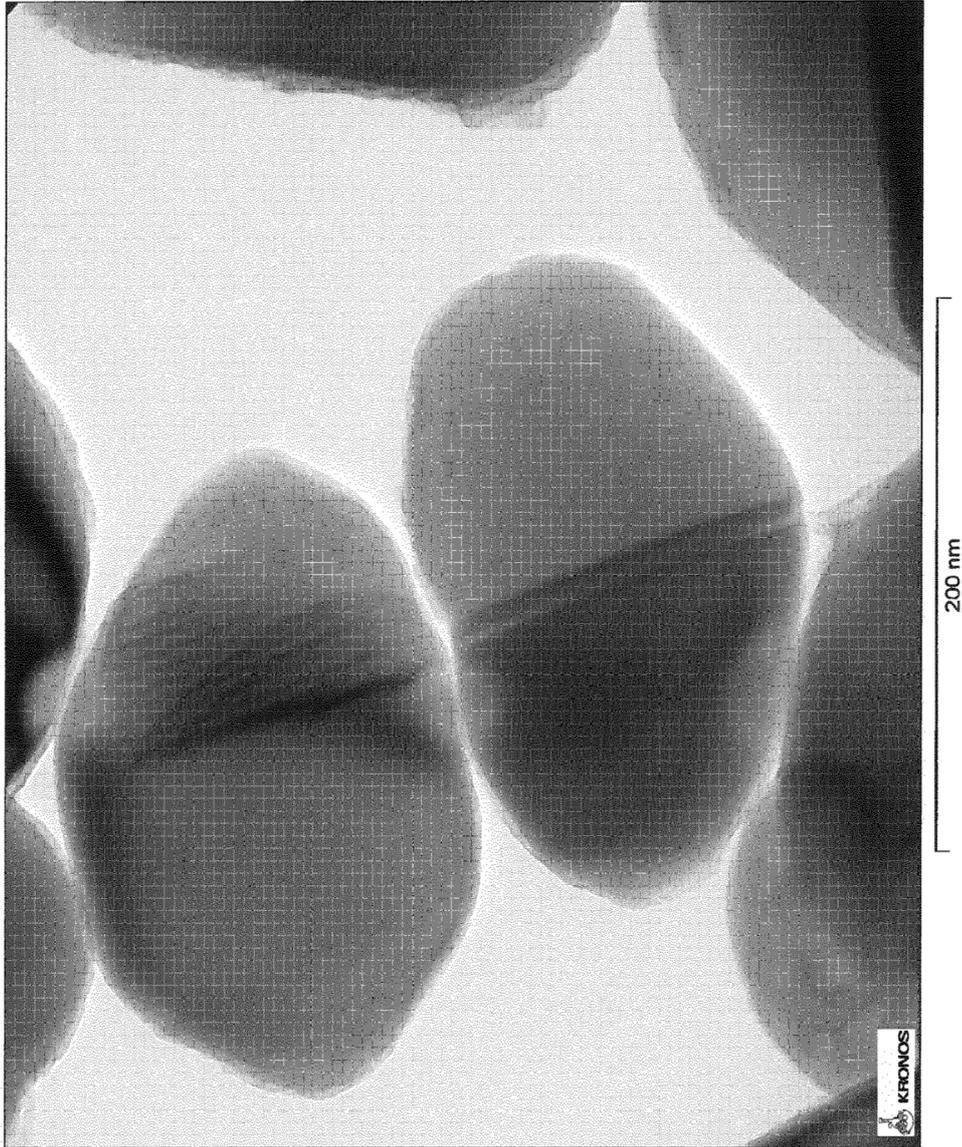


Figura 3

TG 238 WO

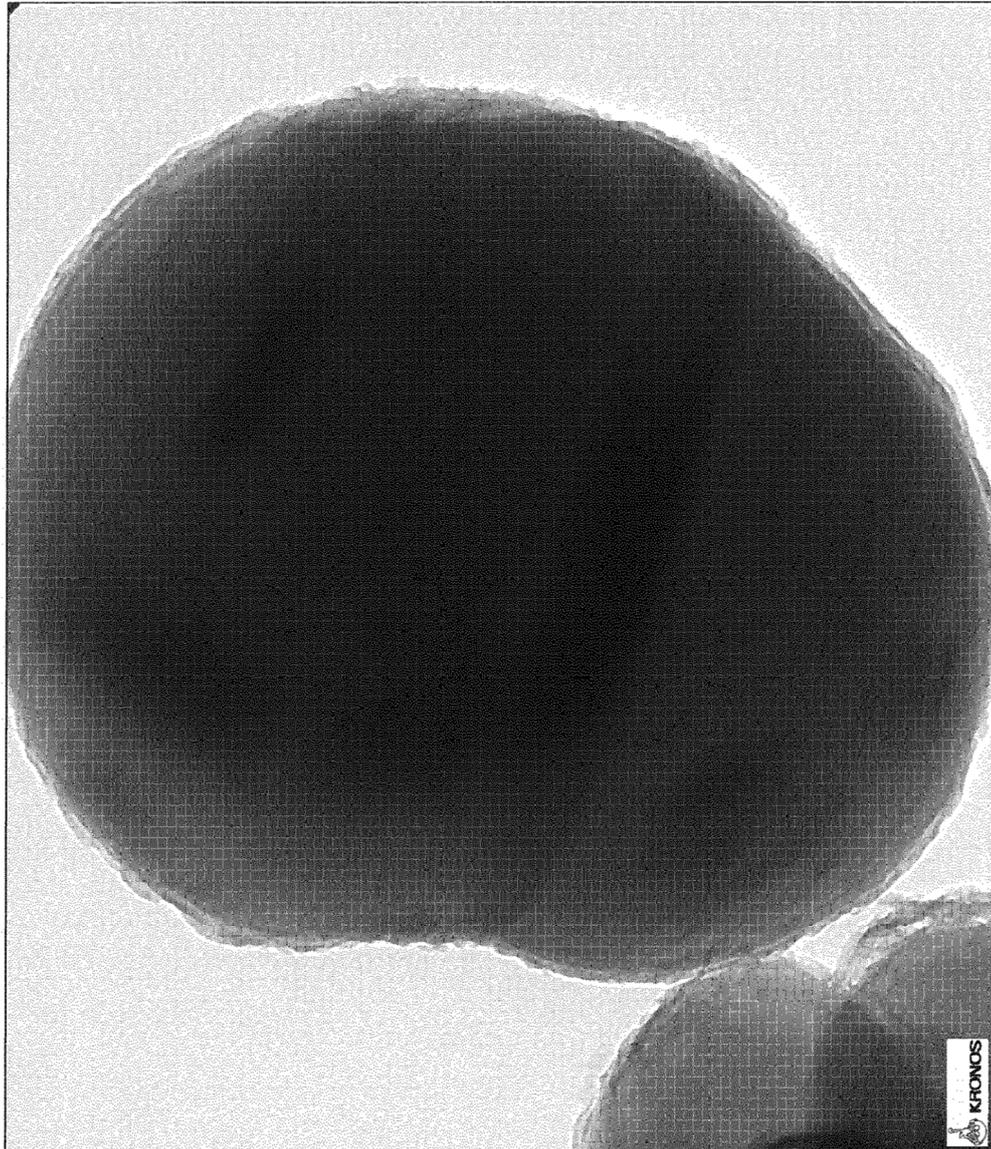


Figura 4

TG 238 WO

