

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 755 951**

51 Int. Cl.:

C09C 1/36	(2006.01) D21H 17/67	(2006.01)
C09C 1/40	(2006.01) D21H 17/69	(2006.01)
C09C 3/00	(2006.01) D21H 19/38	(2006.01)
C09C 3/06	(2006.01)	
C09C 3/08	(2006.01)	
C09C 1/02	(2006.01)	
C09C 1/04	(2006.01)	
C09C 1/16	(2006.01)	
D21H 27/26	(2006.01)	
D21H 27/30	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.10.2013 PCT/US2013/066484**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.05.2014 WO14078040**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.10.2013 E 13789419 (2)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.09.2019 EP 2920251**

54 Título: **Proceso para preparar pigmentos autodispersantes**

30 Prioridad:

13.11.2012 US 201261725601 P

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

24.04.2020

73 Titular/es:

**THE CHEMOURS COMPANY FC, LLC (100.0%)
1007 Market Street
Wilmington, DE 19899, US**

72 Inventor/es:

**VANHECKE, FRANCK, ANDRE y
CHINN, MITCHELL, SCOTT**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 755 951 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

Proceso para preparar pigmentos autodispersantes

Antecedentes de la descripción

5 La presente descripción se refiere a un proceso para preparar pigmentos autodispersantes del tipo de dióxido de titanio y a su uso en estratificados de papel y papel decorativo fabricados de dichos papeles.

10 En la técnica son bien conocidos estratificados de papel, que son adecuados para una diversidad de usos, incluidas las cubiertas de mesas y escritorios, contracubiertas, paneles de paredes, revestimientos de suelos, etc. Los estratificados de papel tienen tal diversidad de usos porque pueden ser fabricados para ser extremadamente duraderos y también pueden ser fabricados para parecerse (tanto en apariencia como en textura) a una gran diversidad de materiales de construcción, incluidas maderas, lápidas, mármol, etc. y pueden ser decorados para llevar imágenes y colores.

15 Típicamente, los estratificados de papel se fabrican de papel impregnando el papel con resinas de diversos tipos, ensamblando varias capas de uno o más tipos de papeles estratificados y consolidando el conjunto en una estructura unitaria central cuando se cura la resina. El tipo de resina y papel estratificado usados y la composición del conjunto final vienen dictados generalmente por el uso final del estratificado.

Se pueden fabricar estratificados de papel decorativo utilizando una capa de papel decorado como capa de papel visible en la estructura central unitaria. El resto de la estructura central comprende típicamente diversas capas de papel soporte y puede incluir una o más capas intermedias muy opacas entre las capas decorativas y de soporte por lo que la apariencia de las capas soportes no afecta negativamente a la apariencia de la capa decorativa.

20 Se pueden producir estratificados de papel mediante procesos de estratificación a presión tanto alta como baja.

Los papeles decorativos comprenden típicamente cargas, como dióxido de titanio, para incrementar la blancura y opacidad del papel. Típicamente, estas cargas se incorporan en la hoja continua fibrosa de papel mediante adición en húmedo.

25 En los procesos de fabricación de papeles decorativos se encuentran frecuentemente condiciones en las que el pigmento interacciona con componentes de la suspensión de pasta, como resinas de resistencia en húmedo y/o fibras de papel de tal modo que es perjudicial para la formación de la matriz de papel. Esta interacción negativa de puede manifestar como una pérdida de resistencia a la tracción del papel (en húmedo o en seco) o como una apariencia moteada en la hoja acabada o como opacidad baja. Por lo tanto, existe necesidad de un pigmento autodispersante que exhiba mayor compatibilidad con componentes presentes en la suspensión de pasta papeleras.

30 El documento EP 0632109 describe un pigmento brillante de color perla, que comprende un sustrato similar a una placa recubierta con una capa de óxidos metálicos y una capa superior que comprende dióxido de silicio.

El documento US2006/275597 describe un papel estratificado que contiene un pigmento de dióxido de titanio modificado en su superficie por un aminoorganosilano.

Compendio de la descripción

35 La presente descripción proporciona un proceso para preparar un pigmento autodispersante que tiene un punto isoeléctrico de por lo menos aproximadamente 8, proceso que comprende:

(a) añadir un compuesto funcional dual con una sal ácida de aluminio para formar una solución acuosa, en donde el compuesto funcional dual comprende:

40 i. un grupo de anclaje que fija el compuesto funcional dual a la superficie de un pigmento, en donde el grupo de anclaje es un grupo funcional de ácido carboxílico, un grupo funcional de ácido dicarboxílico, un grupo funcional de oxoanión, una 1,3-dicetona, 3-cetoamida, derivado de 1,3-dicetona o derivado de 3-cetoamida, y

ii. un grupo amino básico que comprende una amina primaria, secundaria o terciaria;

(b) añadir una base a la mezcla de la etapa (a), con lo que el pH sube a un valor de aproximadamente 4 a aproximadamente 9 para formar una solución turbia; y

45 (c) añadir la mezcla de la etapa (b) a una suspensión de partículas inorgánicas con lo que se depositan una alúmina hidratada y el compuesto funcional dual sobre la superficie del pigmento, y en donde las partículas inorgánicas son un pigmento de dióxido de titanio.

50 El término "pigmento autodispersante" significa un pigmento con un atributo que se consigue cuando el potencial zeta del pigmento se convierte en una fuerza dominante que mantiene separadas a las partículas del pigmento, es decir, dispersas en la fase acuosa. Esta fuerza puede ser suficientemente intensa para separar partículas del pigmento

débilmente aglomeradas cuando están suspendidas en un medio acuoso bajo condiciones de bajo cizallamiento. Como el potencial zeta varía en función del pH de la solución y de la fuerza iónica, idealmente las partículas del pigmento mantienen una carga suficiente que proporciona una fuerza de repulsión con lo que mantienen separadas y suspendidas a las partículas.

5 Descripción detallada de la invención

En esta descripción se debe interpretar “que comprende” como específicamente la presencia de las características, números enteros, etapas o componentes especificados, pero no excluye la presencia o adición de una o más características, números enteros, etapas o componentes o grupos de estos. Adicionalmente, se pretende que el término “que comprende” incluya ejemplos abarcados por los términos “que consiste esencialmente en”, y “que consiste en”. Igualmente, se pretende que el término “que consiste esencialmente en” incluya ejemplos abarcados por el término “que consiste en”.

En esta descripción, cuando se da una cantidad, concentración u otro valor o parámetro en forma de intervalo, intervalo típico o lista de valores típicos superiores y valores típicos inferiores, se debe entender que describe específicamente todos los intervalos formados de cualquier par de límite de intervalo superior o valor típico y de cualquier límite de intervalo inferior o valor típico, con independencia de si los intervalos se describen por separado. Cuando se cita en la presente memoria un intervalo de valores numéricos, salvo que se especifique lo contrario, se pretende que el intervalo incluya los valores extremos de éste y todos los números enteros y fracciones dentro del intervalo, No se pretende que el alcance de la presente descripción esté limitado a los valores específicos citados cuando se defina un intervalo.

En esta descripción, los términos en singular y las formas singulares “un(una)”, y “el(la)”, por ejemplo, incluyen los referentes en plural salvo que el contenido dicte claramente lo contrario. Así, por ejemplo, la referencia a “partícula de TiO_2 ”, la partícula de TiO_2 ”, o “una partícula de TiO_2 ” incluye también una pluralidad de partículas de TiO_2 .

Partícula inorgánica

La partícula inorgánica es un pigmento de dióxido de titanio, en donde la partícula del pigmento de dióxido de titanio proporciona mayor compatibilidad en una suspensión de pasta de papel decorativo. Pigmento de dióxido de titanio significa un pigmento de dióxido de titanio que está disperso por todo un producto final, como una composición de papel decorativo, e imparte color y opacidad a éste.

Pigmento de dióxido de titanio

El pigmento de dióxido de titanio (TiO_2) útil en la presente descripción puede estar en la forma cristalina de rutilo o anatasa, siendo típica la forma de rutilo. Se prepara habitualmente mediante un proceso de cloruro o un proceso de sulfato. En el proceso de cloruro, se oxida TiCl_4 a partículas de TiO_2 . En el proceso de sulfato, se disuelven ácido sulfúrico y mineral que contiene titanio y se pasa la solución resultante a través de una serie de etapas para dar TiO_2 . Se describen con más detalle ambos procesos (de cloruro y sulfato) en “The Pigment Handbook”, vol.1, 2ª edición, John Wiley & Sons, NY (1988), cuyas descripciones relevantes se incorporan como referencia en la presente memoria para todos los fines especificados completamente.

“Pigmento” significa que las partículas de dióxido de titanio tienen un tamaño medio menor que aproximadamente 1 micrómetro. Las partículas tienen típicamente un tamaño medio de aproximadamente 0,020 a aproximadamente 0,95 micrómetros, más típicamente de aproximadamente 0,050 a aproximadamente 0,75 micrómetros y lo más típicamente de aproximadamente 0,075 a aproximadamente 0,50 micrómetros. También los pigmentos tienen típicamente un peso específico en el intervalo de aproximadamente 3,5 a aproximadamente 6 g/cm^3 .

El pigmento no tratado de dióxido de titanio se trata en su superficie, “Tratamiento en su superficie” significa que las partículas de dióxido de titanio han contactado con los compuestos aquí descritos, con lo que los compuestos son adsorbidos sobre la superficie de las partículas de dióxido de titanio o que sobre la superficie está presente un producto de la reacción de por lo menos uno de los compuestos con las partículas de dióxido de titanio como especies no adsorbidas ni unidas químicamente a la superficie. Los compuestos o sus productos de reacción o combinaciones de estos pueden estar presentes como un tratamiento, en particular un recubrimiento continuo o discontinuo, de una sola capa o de dos capas, sobre la superficie del pigmento.

Las partículas del pigmento de dióxido de titanio reciben uno o más tratamientos en su superficie. El tratamiento más exterior se puede obtener realizando secuencialmente las siguientes operaciones:

(a) hidrolizar un compuesto de aluminio o un aluminato básico para depositar sobre la superficie una alúmina hidratada; y

(b) añadir un compuesto funcional dual que comprende:

(i) un grupo de anclaje que acopla el compuesto funcional dual a la superficie del pigmento, en donde el grupo de anclaje es un grupo funcional ácido carboxílico, un grupo funcional ácido dicarboxílico o un grupo funcional oxoanión, una 1,3-dicetona. 3-cetoamida, derivado de 1,3-dicetona o derivado de 3-cetoamida, y

(ii) un grupo amino básico que comprende una amina primaria, secundaria o terciaria.

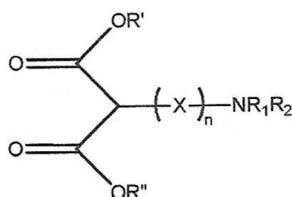
5 El compuesto de aluminio o aluminato básico origina un tratamiento con alúmina hidratada sobre la superficie, típicamente sobre la superficie exterior, de la partícula de dióxido de titanio, y está presente típicamente en una cantidad de por lo menos aproximadamente 3% de alúmina, más típicamente de aproximadamente 4,5 a aproximadamente 7%, referido al peso total de la partícula tratada de dióxido de titanio. Compuestos de aluminio y aluminatos básicos incluyen sulfato de aluminio hidratado, cloruro de aluminio hidratado o nitrato de aluminio hidratado, y aluminatos de metal alcalino, típicamente aluminato sódico o potásico.

10 El compuesto funcional dual comprende un grupo de anclaje que acopla el compuesto funcional dual a la superficie del pigmento, típicamente a la superficie más exterior, y un grupo amino básico que comprende una amina primaria, secundaria o terciaria. El grupo de anclaje puede ser un grupo funcional ácido carboxílico que comprende un acetato o sales de éste, un grupo funcional ácido dicarboxílico que comprende malonato, succinato, glutarato, adipato o sales de estos; un grupo funcional oxoanión que comprende un fosfato, fosfonato, sulfato o sulfonato; o una dicetona, como una pentano-2,4-diona sustituida en el carbono 3 o un derivado de 3-cetobutanamida sustituida. El compuesto funcional dual está presente típicamente en una cantidad menor que 10% en peso, más típicamente de aproximadamente 0,4% a aproximadamente 3% en peso, referida al peso del pigmento tratado.

Los sustituyentes sobre el grupo amino básico se seleccionan del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alqueno, alquilenilo, cicloalquilenilo, más típicamente alquilos de cadena corta que comprenden metilo, etilo o propilo, y aún más típicamente amino.

20 El compuesto funcional dual puede comprender α,ω -aminoácidos, como β -alanina, ácido γ -aminobutírico y ácido ϵ -aminocaproico; α -aminoácidos, como lisina, arginina, ácido aspártico y sus sales.

Alternativamente, el compuesto funcional dual comprende un derivado de un aminomalonato que tiene la estructura



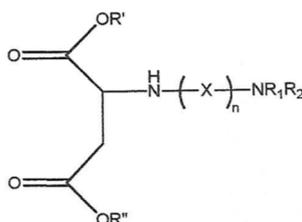
25 en donde X es un grupo de unión que conecta químicamente el grupo de anclaje al grupo amino básico; cada uno de R' y R'' se seleccionan individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alquilarilo, alqueno, alquilenilo, arileno, alquilarileno, arilalquilenilo o cicloalquilenilo; más típicamente de hidrógeno, alquilo de 1 a 8 átomos de carbono, arilo de 6 a 8 átomos de carbono, y aún más típicamente donde R' y R'' se seleccionan de hidrógeno, metilo o etilo,

30 cada uno de R₁ y R₂ se seleccionan individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alqueno, alquilenilo, arileno, alquilarileno, arilalquilenilo o cicloalquilenilo, más típicamente de alquilos de cadena corta que comprenden metilo, etilo o propilo, y aún más típicamente amino; y

n = 0-50.

Cuando X es metileno, típicamente n = 1-8 y más típicamente n = 1-4. Cuando X es oximetileno u oxipropileno, n varía de 2,5 a 50, más típicamente de 6 a 18. Ejemplos de derivados de aminomalonatos incluyen ésteres metílicos y etílicos del ácido 2-(2-aminoetil)malónico y más típicamente malonato de 2-(2-aminoetil)dimetilo.

35 El compuesto funcional dual puede comprender alternativamente un derivado de un aminosuccinato que tiene la estructura



en donde X es un grupo de unión que conecta químicamente el grupo de anclaje al grupo amino básico y

40 cada uno de R' y R'' se seleccionan individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alquilarilo, alqueno, cicloalqueno, alqueno, alquilenilo, arileno, alquilarileno, arilalquilenilo o cicloalquilenilo; más típicamente de hidrógeno,

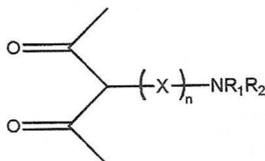
alquilo de 1 a 8 átomos de carbono, arilo de 6 a 8 átomos de carbono, y aún más típicamente cuando R' y R'' sin hidrógeno, metilo o etilo,

- 5 cada uno de R₁ y R₂ se seleccionan individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alqueno, alquilo o cicloalquilo, más típicamente de alquilos de cadena corta que comprenden metilo, etilo o propilo, y más típicamente es amino, y

n = 0-50.

Cuando X es metileno, típicamente n = 1-8 y más típicamente n = 1-4. Cuando X es oximetileno u oxipropileno, n varía de 2,5 a 50, más típicamente de 6 a 18. Ejemplos de derivados de aminosuccinatos incluyen los ésteres metílicos y etílicos del ácido aspártico N-sustituido, más típicamente del ácido N-(2-aminoetil)aspártico.

- 10 El compuesto funcional dual puede comprender alternativamente un derivado de acetoacetatos que tiene la estructura



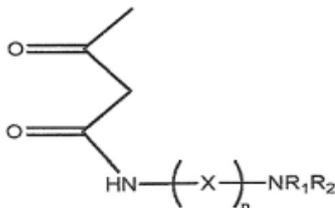
en donde X es un grupo de unión que conecta químicamente el grupo de anclaje al grupo amino básico y

- 15 cada uno de R₁ y R₂ se seleccionan individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alqueno, alquilo o cicloalquilo; más típicamente de alquilos de cadena corta que comprenden metilo, etilo o propilo, y aún más típicamente es amino; y

n = 0-50.

Cuando X es metileno, típicamente n = 1-8 y más típicamente n = 1-4. Cuando X es oximetileno u oxipropileno, n varía de 2,5 a 50, más típicamente de 6 a 18. Un ejemplo de un derivado de acetoacetatos es 3-(2-aminoetil)pentano-2,4-diona.

- 20 El grupo funcional dual puede comprender alternativamente un derivado de una 3-cetoamida (amidoacetato) que tiene la estructura



en donde X es un grupo de unión que conecta químicamente el grupo de anclaje al grupo amino básico y

- 25 cada uno de R₁ y R₂ se seleccionan individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alqueno, cicloalqueno, alqueno, alquilo o cicloalquilo; más típicamente de alquilos de cadena corta que comprenden metilo, etilo o propilo, y aún más típicamente es amino; y

n = 0-50.

- 30 Cuando X es metileno, típicamente n = 1-8 y más típicamente n = 1-4. Cuando X es oximetileno u oxipropileno, n varía de 2,5 a 50, más típicamente de 6 a 18. Ejemplos de derivados de amidoacetatos incluyen las amidas de etilendiaminas y dietilentriaminas, más típicamente N-(2-aminoetil)-3-oxobutanamida.

- 35 Como la tendencia a incrementar el pigmento IEP es proporcional a la cantidad de funcionalidad amino impartida a la superficie del pigmento, es apropiado expresar la cantidad molar de compuesto funcional dual añadido a 100 g de pigmento tratado como el % milimolar de N añadido. Por ejemplo, las cantidades de compuesto funcional dual usado para incrementar eficazmente el pigmento IEP varían de 2 a 10% milimolar, más típicamente de 4 a 8% milimolar. Así, en el caso del compuesto dual preferido β-alanina, de peso molecular bajo, una dosis de 5% milimolar corresponde a 0,45% en peso. Por el contrario, en un ejemplo de peso molecular alto, la Jeffamire ED-2003 (peso molecular = 2.000), aducto de 3-cetobutanamida, requiere 10,4% en peso para aportar 5% milimolar de equivalentes amino.

El compuesto funcional dual comprende además un grupo de unión que conecta químicamente el grupo de anclaje al grupo amino básico, en donde el grupo de anclaje comprende:

(a) un grupo alquilo de 1-8 átomos de carbonos, más típicamente de 1-4 átomos de carbonos;

(b) una polieteramuna que comprende poli(oxietileno) o poli(oxipropileno) o mezclas de ambos, en donde el peso molecular medio del grupo de anclaje es de aproximadamente 220 a aproximadamente 2.000, o

(c) un átomo de carbono, oxígeno, nitrógeno, fósforo o azufre en el punto de unión al grupo de anclaje.

5 Algunos ejemplos de compuestos (b) incluyen las series D, ED y EDR de Jeffamine®. .

En una realización específica, en el grupo funcional dual usado para preparar el pigmento autodispersante, X comprende grupos metileno, oxietano u oxipropano, en donde n = 0 a 50; o copolímeros de polieteraminas que comprenden monómeros de oxoetileno y oxopropileno.

10 En suspensiones preparadas usando el pigmento autodispersante, los sólidos del pigmento comprenden por lo menos aproximadamente 10%, más típicamente 35%, y el pH de la suspensión del pigmento es menor que aproximadamente 7, más típicamente es de aproximadamente 5 a aproximadamente 7. El pigmento autodispersante tiene una superficie específica de por lo menos 15 g/m², más típicamente de 25 a 35 g/m².

15 Alternativamente, la partícula tratada de dióxido de titanio puede experimentar un tratamiento adicional con otro óxido, por ejemplo, sílice, alúmina, zirconia o ceria, aluminosilicato o aluminiofosfonato. Este óxido de tratamiento alternativo puede estar presente en la cantidad de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20% en peso, típicamente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 5% en peso y más típicamente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5% en peso., referido al peso total de la partícula tratada de dióxido de titanio. El tratamiento puede ser aplicado mediante métodos conocidos por los expertos en la técnica. Un método típico de añadir un tratamiento con sílice a la partícula de TiO₂ es un tratamiento en húmedo similar al descrito en la patente de Estados Unidos número 5.993.533. Un método alternativo de añadir un tratamiento con sílice a la partícula de TiO₂ es mediante deposición de sílice pirogénica sobre una partícula de dióxido de titanio pirogénico, como se describe en la patente de Estados Unidos número 5.992.120 o mediante oxidación conjunta de tetracloruro de silicio con tetracloruro de titanio, como se describe en las patentes de Estados Unidos números 5.562.764 y 7.029.648. Otros tratamientos con un óxido metálico depositado pirogénicamente incluyen el uso de aleaciones de aluminio con un aditivo añadido que originan la generación de un cloruro metálico volátil que posteriormente es oxidado y depositado sobre la superficie de las partículas del pigmento en la fase gaseosa. La oxidación conjunta de las especies de cloruros metálicos da el correspondiente óxido metálico. Así, usando una aleación de aluminio-silicio o de aluminio-tungsteno se origina la deposición de los correspondientes óxidos de silicio y tungsteno, respectivamente. Las publicaciones de patentes WO2011/059938A1 y WO2012/039730A1 describen con más detalle estos procedimientos.

20 Típicamente, el tratamiento con un óxido puede ser proporcionado en dos capas en donde la primera capa comprende por lo menos aproximadamente 3% de alúmina, más típicamente de aproximadamente 5,5 a aproximadamente 6%, referido al peso total de la partícula tratada de dióxido de titanio, y por lo menos aproximadamente 1% de pentóxido de fósforo, P₂O₅, más típicamente de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 3,0% de pentóxido de fósforo, P₂O₅, referido al peso total de la partícula tratada de dióxido de titanio. En una realización específica, la segunda capa de óxido sobre el pigmento de dióxido de titanio comprende sílice presente en la cantidad de por lo menos aproximadamente 1,5%, más típicamente de aproximadamente 6 a aproximadamente 14% y aún más típicamente de aproximadamente 9,5 a aproximadamente 12%, referido al peso total de la partícula tratada de dióxido de titanio. .

25 El pigmento de dióxido de titanio que ha de ser tratado en su superficie puede experimentar tratamientos en su superficie con uno o más óxidos metálicos y/o fosfatados, como se describe en las patentes de Estados Unidos números 4461810 y 4737194 y en el documento WO2004/061013. Estos recubrimientos pueden ser aplicados usando técnicas conocidas por los expertos en la materia.

Son típicos los pigmentos de dióxido de titanio recubiertos con un óxido metálico fosfatado, como las variedades recubiertas con alúmina fosfatada y alúmina/ceria fosfatadas.

30 Ejemplos de pigmentos de dióxido de titanio disponibles comercialmente incluyen pigmentos de dióxido de titanio recubiertos con alúmina, como R700 y R706 (disponibles de E.I. duPont de Nemours and Company, Wilmington, DE), pigmentos de dióxido de titanio recubiertos con alúmina/fosfato, como R796+ (disponible comercialmente de E.I. duPont de Nemours and Company, Wilmington, DE); y pigmentos de dióxido de titanio recubiertos con alúmina/fosfato/cera, como R794 (disponible comercialmente de E.I. duPont de Nemours and Company, Wilmington, DE).

35 Proceso para preparar partículas tratadas de dióxido de titanio

El proceso para preparar un pigmento autodispersante comprende:

(a) añadir un compuesto funcional dual con una sal ácida de aluminio para formar una solución acuosa, en donde el compuesto funcional dual comprende:

i. un grupo de anclaje que fija el compuesto funcional dual a la superficie del pigmento, en donde el grupo de anclaje es un grupo funcional ácido carboxílico, un grupo funcional ácido dicarboxílico, un grupo funcional oxoanión, una 1,3-dicetona, 3-cetoamida, derivado de 1,3-dicetona o derivado de 3-cetoamida, y

ii. un grupo amino básico que comprende una amina primaria, secundaria o terciaria;

5 (b) añadir una base a la mezcla de la etapa (a), con lo que el pH sube a un valor de aproximadamente 4 a aproximadamente 9, para formar una solución turbia; y

(c) añadir la mezcla de la etapa (b) a una suspensión de partículas inorgánicas, es decir al pigmento de TiO_2 , con lo que se depositan una alúmina hidratada y el compuesto funcional dual sobre la superficie del pigmento.

10 La sal ácida de aluminio comprende sulfato de aluminio hidrato o nitrato de aluminio hidrato, más típicamente cloruro de aluminio hidrato, y la base comprende hidróxido sódico, carbonato sódico o más típicamente hidróxido amónico. Partiendo de la cantidad elegida de compuesto funcional dual que da el pigmento IEP deseado, la cantidad acompañante de sal ácida de aluminio se elige de modo que la relación molar de compuesto funcional dual a aluminio sea menor que 3, más típicamente de aproximadamente 1 a aproximadamente 2,5. De esta manera, para aumentar la superficie del pigmento se usa una mezcla más propensa a hidrólisis y a asegurar la deposición. En la presente invención son menos deseables los complejos de aluminio de ligandos bidentados, como al anión de acetilacetona (es decir, pentano-2,4-diona). Dichos complejos son bien conocidos por la bibliografía de Química de coordinación, siendo conocido el complejo de tris(acetilacetonato) de aluminio por su estabilidad (punto de ebullición 314°C) y naturaleza bipolar y siendo insoluble en agua.

20 Las partículas de dióxido de titanio pueden ser tratadas en su superficie mediante técnicas bien conocidas por los expertos en la materia, ejemplificadas por las referencias antes mencionadas incorporadas previamente. Por ejemplo, los tratamientos pueden ser aplicados mediante tratamiento con un inyector, adición a un micronizador o mezclado simple con una suspensión de dióxido de titanio.

25 El dióxido de titanio modificado en su superficie puede ser dispersado en agua a una concentración menor que aproximadamente 10% en peso, típicamente a una concentración de aproximadamente 3 a aproximadamente 5% en peso, referida al peso total de la dispersión, usando cualquier técnica adecuada conocida en la técnica. Un ejemplo de técnica adecuada de dispersión es sonicación. El dióxido de titanio modificado en su superficie según esta descripción es catiónico. El punto isoeléctrico, determinado por el valor del pH cuando el potencial zeta tiene un valor cero, del dióxido de titanio modificado en su superficie según esta descripción tiene un punto isoeléctrico mayor que 8, típicamente mayor que 9, aún más típicamente en el intervalo de aproximadamente 9 a aproximadamente 10. El punto isoeléctrico puede ser determinado usando el procedimiento de medición del potencial zeta descrito en los ejemplos dados más adelante. La cantidad de compuesto funcional dual depositado permite el control del punto isoeléctrico a un valor de por lo menos 8,0, más típicamente entre 8,0 y 9,0, que puede ser beneficioso para facilitar la dispersión/floculación de las composiciones en partículas durante su procesamiento en planta y producción de papel decorativo. Tener un IEP alto significa que la partícula del pigmento tiene carga catiónica bajo las condiciones en las que el pigmento se introduce en la suspensión de pasta del papel decorativo. Es más probable que la superficie del pigmento catiónico, que tiene una carga suficiente a un pH menor que 7, interaccione con las fibras papeleras cargadas negativamente y menos probable que adsorban resina catiónica de resistencia en húmedo.

40 Típicamente, las partículas después del tratamiento en su superficie son sustancialmente homogéneas. Esto significa que cada partícula central ha fijado a su superficie una cantidad de alúmina o fosfato de aluminio tal que la variabilidad en los niveles de alúmina y fosfato entre partículas es tan baja que hace que todas las partículas interactúen de la misma manera con agua, disolventes orgánicos o moléculas dispersantes (esto es, todas las partículas interactúan con su entorno químico de una manera común y en una extensión común). Típicamente, las partículas tratadas de dióxido de titanio se dispersan completamente en el agua formando una suspensión en menos de 10 minutos, más típicamente en menos de aproximadamente 5 minutos. "Completamente dispersas" significa que la dispersión está compuesta de partículas individuales o de grupos pequeños de partículas creadas durante la fase de formación de las partículas (agregados duros) y que todos los aglomerados blandos han sido reducidos a partículas individuales.

50 Después del tratamiento según este proceso, se recupera el pigmento mediante procedimientos conocidos, incluida la neutralización de la suspensión y, si fuera necesario, filtración, lavado, secado y frecuentemente una etapa de trituración en seco, como micronización. El secado no es necesario; sin embargo, se puede usar directamente una suspensión del producto para preparar dispersiones de pasta en las que el agua es la fase líquida.

Aplicaciones

Las partículas tratadas de dióxido de titanio se pueden usar en estratificados de papel. Los estratificados de papel de esta descripción son útiles como suelo, mobiliario, contracubierta, superficie de madera artificial y superficie de mármol artificial.

55 Papel decorativo

El papel decorativo puede contener cargas, como dióxido de titanio preparado como se ha descrito anteriormente y también cargas artificiales. Ejemplos de otras cargas incluyen talco, óxido de zinc, caolín, carbonato cálcico y mezclas de estos compuestos.

5 El componente de carga del papel decorativo puede ser de aproximadamente 10 a aproximadamente 65% en peso, en particular de 30 a 45% en peso, referido al peso total del papel decorativo. El gramaje del papel decorativo base puede estar en el intervalo de 30 a aproximadamente 300 g/m² y en particular de 90 a 110 g/m². El gramaje se selecciona en función de la aplicación particular.

10 Para formar una hoja de papel, se puede mezclar la suspensión de dióxido de titanio con pasta, por ejemplo, pasta refinada de madera, como pasta de eucalipto, en una dispersión acuosa. El pH de la dispersión de pasta es típicamente de aproximadamente 6 a aproximadamente 8, más típicamente de aproximadamente 7 a aproximadamente 7,5. La dispersión de pasta se puede usar para fabricar papel mediante técnicas convencionales.

15 Como pastas para la fabricación de papel decorativo base son útiles pastas de maderas coníferas (pastas de fibra larga) o pastas de maderas frondosas (pastas de fibra corta) como eucalipto y mezclas de estas pastas. También es posible usar fibras de algodón o mezclas de estos tipos de pastas. Se puede usar una mezcla de pastas de maderas coníferas y maderas frondosas en una proporción de aproximadamente 10:90 a aproximadamente 90:10, y en particular de aproximadamente 30:70 a aproximadamente 70:30. La pasta puede tener un grado de refinado de aproximadamente 20° a aproximadamente 60° SR, según la escala de Schopper-Riegler.

20 El papel decorativo también puede comprender un polímero catiónico que puede comprender una epíclorhidrina y una amina terciaria o un compuesto de amonio cuaternario, como cloruro de clorohidroxipropiltrimetilamonio o cloruro de glicidiltrimetilamonio. Lo más típicamente, el polímero catiónico es un compuesto de amonio cuaternario. También son útiles y se pueden añadir para formar la dispersión de polímeros catiónicos, como agentes que aumentan la resistencia en húmedo, que incluyen resinas de poliamida/poliamina-epíclorhidrina, otros derivados de poliaminas u otros derivados de poliamidas, poliácridatos catiónicos, resinas modificadas de melanina-formaldehído o almidones cationizados. Otras resinas incluyen, por ejemplo, ftalatos de dialilo, resinas epoxídicas, resinas de urea-formaldehído
25 copolímeros de urea-éster de ácido acrílico, resinas de melanina-formaldehído, resinas de melanina-fenolformaldehído, poli(met)acrilatos y/o resinas de poliésteres insaturados. El polímero catiónico está presente en una cantidad de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,5%, referido al peso de polímero seco con respecto al peso total de fibras secas usadas en el papel.

30 También son útiles para formar las dispersiones y también se pueden añadir según se requiera para conseguir las propiedades deseadas del papel adyuvantes de retención, resinas de resistencia en húmedo, agentes de encolado (interno y superficial), agentes de fijación y otras sustancias, como pigmentos coloreados orgánicos e inorgánicos, colorantes, blanqueantes ópticos y dispersantes. Los adyuvantes de retención se añaden para minimizar pérdidas de dióxido de titanio y de otros componentes finos durante el proceso de fabricación de papel, que incrementan el coste pero permiten el uso de otros aditivos, como agentes que aumentan la resistencia en húmedo.

35 Ejemplos de papeles usados en estratificados de papel se pueden encontrar en la patente de Estados Unidos número 6599592 y en las referencias antes citadas, incluidas, pero si carácter limitativo, las patentes de Estados Unidos números 5679219, 6706372 y 6783631.

40 Como se ha indicado anteriormente, el papel comprende típicamente una serie de componentes incluidos, por ejemplo, diversos pigmentos, agentes de retención y agentes de resistencia en húmedo. Los pigmentos, por ejemplo, imparten al papel final propiedades deseadas, como opacidad y blancura, y un pigmento usado comúnmente es dióxido de titanio.

Las partículas tratadas de dióxido de titanio se pueden usar para preparar el papel decorativo en cualquiera de las maneras habituales, en donde una porción, y típicamente todo el pigmento de dióxido de titanio usado en dicha fabricación de papel es reemplazado por el pigmento tratado de dióxido de titanio.

45 Como se ha indicado anteriormente, el papel decorativo fabricado según la presente descripción es una hoja opaca a base de pasta de celulosa que contiene un pigmento de dióxido de titanio en una cantidad de aproximadamente 45% en peso o menos, más típicamente de aproximadamente 10 a aproximadamente 45% en peso y aún más típicamente de aproximadamente 25 a aproximadamente 42% en peso, en donde el pigmento de dióxido de titanio comprende la totalidad o algunas de las partículas tratadas de dióxido de titanio de la presente descripción. En una realización típica,
50 el pigmento tratado de dióxido de titanio comprende por lo menos aproximadamente 25% en peso y más típicamente por lo menos aproximadamente 40% en peso (referido al peso del pigmento de dióxido de titanio) del pigmento tratado de dióxido de titanio de esta descripción. En otra realización típica, el pigmento de dióxido de titanio consiste esencialmente en el pigmento tratado de dióxido de titanio de esta descripción. También en otra realización típica, el pigmento de dióxido de titanio comprende sustancialmente sólo el pigmento tratado de dióxido de titanio de esta descripción.
55

Estratificados de papel

Los estratificados de papel según la presente descripción se pueden preparar por cualquiera de los procesos convencionales bien conocidos por los expertos en la técnica relevante descritos en muchas de las referencias incorporadas anteriormente.

5 Típicamente, el proceso de fabricación de estratificados de papel se inicia con resinas que impregnan materiales de partida, como resinas fenólicas y de melanina, papel de color pardo (como papel kraft) y papel de impresión de alta calidad (un papel estratificado según la presente descripción).

El papel de color pardo actúa como portador de las resinas impregnadoras y confiere fuerza reforzante y espesor al estratificado acabado. El papel de alta calidad es la hoja decorativa, por ejemplo, un color uniforme, un modelo impreso o un grano de madera impreso.

10 En un proceso a escala industrial, típicamente las bobinas de papel se cargan en un mandril en la “parte húmeda” de un sistema tratador para la impregnación con una resina. Los papeles de superficie (decorativa) de alta calidad se tratan con una resina transparente, como una resina de melanina, de modo que no afecte a la apariencia (decorativa) de la superficie del papel. Como la apariencia no es crítica para el papel de color pardo, éste puede ser tratado con una resina coloreada, como una resina fenólica.

15 Para impregnar el papel con resina se usan habitualmente dos métodos. La manera usual (y la más rápida y más eficiente) se denomina “recubrimiento con rodillo invertido”. En este proceso, se lleva el papel entre dos rodillos gruesos, uno de los cuales aplica un recubrimiento fino de resina sobre una cara del papel. Este recubrimiento fino da tiempo para empapar todo el papel cuando pasa a través de la instalación de secado. Casi todos los papeles de color pardo se tratan por el proceso de rodillo invertido porque es más eficiente y permite un recubrimiento completo con
20 menos resina y desperdicios.

Otra manera es un proceso de “inmersión y exprimido”, en el que se pasa el papel por una tina de resina y después a través de rodillos que exprimen el exceso de resina. Los papeles de superficie (decorativa) se impregnan habitualmente mediante el proceso de inmersión y exprimido porque, aunque más lento, permite un revestimiento más denso de la resina impregnadora para mejorar propiedades superficiales del estratificado final, como duración y
25 resistencia a tintes y al calor.

Después de ser impregnado con la resina, el papel (en forma de hoja continua) pasa por una instalación de secado (tratador) a la “parte final seca”, donde se corta en hojas.

El papel impregnado con resina debe tener un espesor uniforme para evitar irregularidades en el estratificado acabado.

30 En el conjunto de los componentes del estratificado, la parte superior es generalmente el papel de la superficie puesto que parece que apariencia del estratificado acabado depende principalmente sólo de la superficie del papel. Sin embargo, sobre la hoja decorativa se puede colocar una “cubierta” superior que sea sustancialmente transparente cuando cure, por ejemplo, para dar apariencia y resistencia al desgaste del estratificado acabado.

35 En un estratificado en el que el papel de la superficie tiene colores sólidos de tonos claros se puede colocar una hoja extra de papel fino blanco debajo de la hoja impresa de la superficie para evitar que la carga fenólica de color ámbar interfiera con el color más claro de la superficie.

La textura de la superficie del estratificado viene determinada por el papel texturizado y/o una chapa que se inserta con el refuerzo en la prensa. Típicamente, se usan chapas de acero con una superficie muy pulimentada que produce un acabado de brillo y una chapa texturizada decapada que produce un acabado mate.

40 Las construcciones acabadas se envían a una prensa en la que cada construcción (un par de estratificados) es separada de la siguiente por la chapa de acero antes mencionada. En la prensa, se aplica presión a las construcciones mediante pistones o artificios similares. Para fabricar estratificados de papel se usan métodos a presión baja o alta. Típicamente se aplica una presión de por lo menos 5.520 kPa (800 psi) y a veces de hasta 10.350 kPa (1.500 psi), mientras que la temperatura se aumenta a más de 120°C (250°F) pasando agua caliente o vapor de agua a través de una camisa exterior calefactora en la prensa. La construcción se mantiene bajo estas condiciones de presión y
45 temperatura durante el tiempo requerido (típicamente, aproximadamente una hora) para que las resinas presentes en los papeles impregnados con ellas vuelvan a licuarse, fluyan y curen, juntando la pila en una sola hoja de estratificado decorativo acabado.

50 Una vez retiradas de la prensa, las hojas del estratificado se separan y cortan al tamaño final deseado. Típicamente, también hace rugosa la cara opuesta del estratificado (por ejemplo, con un chorro de arena) para proporcionar una buena superficie adherente para unirla a uno o más sustratos, como tableros contrachapados, cartones duros, tableros aglomerados, materiales compuestos, etc. La necesidad y elección del sustrato y del adhesivo dependerán del uso final deseado del estratificado, como debe ser reconocido por los expertos en la técnica relevante.

No se pretende que los ejemplos siguientes y la descripción de realizaciones típicas e ilustrativas limiten el alcance de la presente descripción.

Ejemplos

Caracterización del punto isoeléctrico usando la sonda zeta (Dinámica coloidal)

Se colocó en el recipiente de análisis una suspensión del pigmento de 4% de sólidos. La sonda de la amplitud sónica electrocinética (ESA) y la sonda del pH se sumergieron en la suspensión agitada del pigmento. La valoración posterior de la suspensión agitada se realizó usando KOH 2N como base y HNO₃ 2N como ácido de valoración. Los parámetros de la máquina se eligieron de modo que el soporte que lleva el ácido se valoró hasta pH 4 y el soporte que lleva la base se valoró hasta pH 9. El potencial zeta se determinó a partir del espectro de movilidad de partículas que se midió usando la técnica ESA descrita por O'Brian et al. El punto isoeléctrico del pigmento se determinó típicamente interpolando cuando el potencial zeta es igual a cero a lo largo de la curva pH/potencial zeta.

10 * R. W. O'Brian, D. W. Cannon y W. N. Rowlands, J. Colloid Interface Sci. 173, 406-418 (1995)

R. W. O'Brian, A. Jones y W. N. Rowlands, Colloids and Surfaces A218, 89-101 (2003)

Ejemplo 1

Se carga 200 g de una suspensión de 30% (p/p) de un pigmento de dióxido de titanio recubierto con alúmina (DuPont R-796) en un vaso de 250 ml con camisa de vapor y se calienta a 55°C. Se agita la suspensión durante el transcurso del tratamiento de la superficie usando una hélice propulsora acoplada a un agitador de cabecera. El pH medido de esta suspensión fue 5,5 a 55°C. En una jeringa de 5 cm³ se carga 1,5 g de un sol de 43% de aluminato sódico (24% de Al₂O₃, aproximadamente 1% de Al₂O₃, referido al peso del pigmento). Se añade el sol a una velocidad de 0,15 ml/min de modo que se produce la adición completa en 10 minutos. Se deja que el pH suba a 10 y simultáneamente se inicia la adición de solución de HCl del 20% para mantener el pH de 10. Después de haberse completado la adición del aluminato, se añade a la suspensión agitada 0,6 g (7% de milimoles) de 3-(2-aminoetil)-pentano-2,4-diona. Se ajusta el pH a 10 y se mantiene durante 30 minutos. Después de este período, se disminuye el pH a 5,5 por más adición de HCl del 20% y se mantiene el pH a 5,5 durante 30 minutos. La suspensión se filtra al vacío a través de un embudo Buchner provisto de un papel Whatman nº 2. La torta resultante se lava con 4 x 100 ml de agua desionizada, se transfiere a una placa Petri y se seca durante 16 horas a 110°C. La torta seca se tritura con un mortero y pistilo. Se supone que una suspensión de este pigmento de 10% de sólidos da un pH de 6,5. Se supone que una suspensión de este pigmento del 4% de sólidos da un IEP (ZetaProbe) de 8,9. Como ejemplo comparativo, el pigmento solo R-796 de partida dio un IEP de 6,9.

Ejemplo 2

Se carga 200 g de una suspensión de 30% (p/p) de un pigmento de dióxido de titanio recubierto con alúmina (DuPont R-796) en un vaso de 250 ml con camisa de vapor y se calienta a 55°C. Se agita la suspensión usando una hélice propulsora acoplada a un agitador de cabecera. En una jeringa de 5 cm³ se carga 1,5 g de un sol de 43% de aluminato sódico (24% de Al₂O₃, aproximadamente 1% de Al₂O₃, referido al peso del pigmento). Se añade el sol a una velocidad tal que se produce la adición en 10 minutos. Se deja que el pH suba a 10 y simultáneamente se inicia la adición de solución de HCl del 20% para mantener el pH de 10. Después de haberse completado la adición del aluminato, se añade a la suspensión agitada 3,0 g (5% de milimoles) del aducto ED-900 de Jeffamine® de 3-oxobutanamida. Se ajusta el pH a 10 y se mantiene durante 30 minutos. Después de este período, se disminuye el pH a 5,5 por más adición de HCl del 20% y se mantiene el pH a 5,5 durante 30 minutos. La suspensión se filtra, lava, seca y tritura como se ha descrito en el ejemplo 1. Se supone que una solución de este pigmento del 10% de sólidos da un pH de 6,5. Se supone que una suspensión de este pigmento del 4% de sólidos da un IEP (ZetaProbe) de 8,9.

Ejemplo 3

Se carga 3.330 g de una suspensión de R-796 de 30% (p/p) de sólidos (es decir, suficiente para dar aproximadamente 1 kg de pigmento seco) en un balde acero inoxidable de 5 litros y se calienta a 55°C sobre una placa caliente. La suspensión se agita a fondo usando una hélice propulsora acoplada a un agitador de cabecera. En una jeringa de 20 cm³ se carga 20,0 g un sol de aluminato sódico del 43% (24% de contenido de Al₂O₃). Se añade el sol a una velocidad tal que la adición se completa en 10 minutos. Se deja que el pH suba a 10 y se mantiene a 10 por adición simultánea de solución de HCl del 20%. Después de haberse completado la adición del aluminato, se añade a la suspensión agitada 7,25 g (5% de milimoles) de N-(2-aminoetil)-3-oxobutanamida. Se ajusta el pH a 10 y se mantiene durante 30 minutos. Después de este período, se disminuye el pH a 5,5 por más adición de HCl del 20% y se mantiene este pH durante 30 minutos. Se filtra la suspensión al vacío a través de un embudo Buchner grande provisto de papel Whatmann nº 2. La torta resultante se lava con agua desionizada hasta que la conductividad del filtrado cae a <2 mS/cm. Se transfiere la torta húmeda a una cubeta de aluminio y se seca a 110°C durante 16 horas. Se tritura la torta seca y se criba a través de un tamiz de malla 325. La trituration final de este material se realiza en un molino de chorro de vapor de agua. Se supone que una suspensión de este pigmento de 10% de sólidos da un pH de 6,5. Se supone que una suspensión de este pigmento de 4% dé un IEP (ZetaProbe) de 8,9.

Ejemplo 4

Se disuelve, agitando, 1,5 g de cloruro de aluminio hexahidrato en 15 ml de agua desionizada. Se añade 0,60 g de 3-(2-aminoetil)pentano-2,4-diona (1% referido a peso de TiO₂ seco) y se disuelve para formar una solución incolora. Se valora la solución gota a gota con NH₄OH 6N hasta pH 9, momento en el que se forma una solución turbia. Se carga 200 g de una suspensión de 30% (p/p) de un pigmento de dióxido de titanio recubierto con alúmina (DuPont R-796) en un vaso de 250 ml con camisa de vapor de agua y se calienta hasta 55°C. Se agita la suspensión durante el transcurso del tratamiento de la superficie usando una hélice propulsora acoplada a un agitador de cabecera. El pH medido de esta suspensión es 5,5 a 55°C. Se añade rápidamente a la suspensión agitada la mezcla turbia que contiene el reactivo funcional dual. Se ajusta el pH a 7 y se mantiene durante 30 minutos. Después de este período, se disminuye el pH a 5,5 por más adición de HCl del 20% y se mantiene durante 30 minutos adicionales. La solución se filtra al vacío a través de un embudo Buchner provisto de papel Whatmann n° 2. La torta resultante se lava con 4 x 100 ml de agua desionizada, se transfiere a una placa Petri y se seca durante 16 horas a 110°C. La torta seca se tritura con un mortero y pistilo. Se supone que una suspensión de este pigmento del 10% de sólidos da un pH de 6,5. Se supone que una suspensión de este pigmento del 4% de sólidos da un IEP (ZetaProbe) de 8,9. Como ejemplo comparativo, el pigmento solo R-796 de partida dio un IEP de 6,9.

15 Ejemplo 5

Se disuelve, agitando, 1,2 g de cloruro de aluminio hexahidrato en 15 ml de agua desionizada. Se añade 3,0 g de aducto ED-900 Jeffamine® de 3-oxobutanamida (5% en milimoles referido a TiO₂ seco) y se disuelve para formar una solución incolora. Se valora la solución gota a gota con NH₄OH 6N hasta pH 9, momento en el que se forma una solución turbia. Se carga 200 g de una suspensión de 30% (p/p) de un pigmento de dióxido de titanio recubierto con alúmina (DuPont R-796) en un vaso de 250 ml con camisa de vapor de agua y se calienta hasta 55°C. Se agita la suspensión durante el transcurso del tratamiento de la superficie usando una hélice propulsora acoplada a un agitador de cabecera. Se añade rápidamente a la suspensión agitada la mezcla turbia que contiene el reactivo funcional dual. Se ajusta el pH a 7 y se mantiene durante 30 minutos. Después de este período, se disminuye el pH a 5,5 con HCl y se mantiene durante 30 minutos adicionales. La solución se filtra, lava, seca y tritura como en el ejemplo anterior. Se supone que una suspensión de 4% de sólidos de este pigmento da un IEP (ZetaProbe) de 8,9.

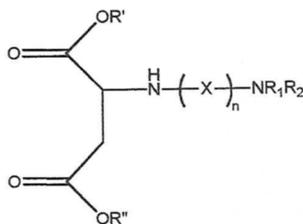
Ejemplo 6

Se disuelve, agitando, 20,0 g de cloruro de aluminio hexahidrato en 100 ml de agua desionizada. Se añade y disuelve 7,2 g de N-(2-aminoetil)-3-oxobutanamida (5% en milimoles, referido a peso seco de TiO₂) para formar una solución incolora. Se valora la solución con NH₄OH 6N hasta que se forme una solución turbia. En un balde de acero inoxidable de 5 litros se carga 3.330 g de suspensión R-796 (es decir, suficiente para dar aproximadamente 1 kg de pigmento seco) y se calienta hasta 55°C sobre una placa caliente. Se agita la suspensión usando una hélice propulsora acoplada a un agitador de cabecera. Se añade rápidamente a la suspensión agitada la mezcla turbia que contiene el reactivo funcional dual. Se ajusta el pH a 7 y se mantiene durante 30 minutos. Después de este período, se disminuye el pH a 5,5 por más adición de HCl del 20% y se mantiene durante 30 minutos. Se filtra la suspensión a través de un embudo Buchner grande provisto de papel Whatman n° 2. Se lava la torta resultante con agua desionizada hasta que la conductividad del filtrado cae a menos de 0,2 mS/cm. Se transfiere la torta húmeda a una cubeta de aluminio y se seca a 110°C durante 16 horas. Se tritura la torta seca y se criba a través de un tamiz de malla 325. Se realiza la trituration final de este material en un molino de chorro de vapor de agua. Se supone que una suspensión de 10% de sólidos de este pigmento da un pH de 6,5. Se supone que una suspensión de 4% de sólidos de este pigmento da un IEP (ZetaProbe) de 8,9.

cada uno de R_1 y R_2 se selecciona individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alquenilo, cicloalquenilo, alqueno, alquileno o cicloalquileno; y

$n = 0-50$.

(ii) un derivado de aminosuccinato que tiene la estructura



5

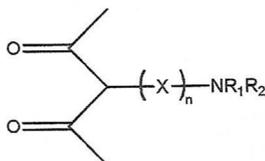
en donde X es un grupo de unión que conecta químicamente el grupo de anclaje al grupo amino básico,

cada uno de R' y R'' se selecciona individualmente de hidrógeno, alquilo (preferiblemente metilo o etilo), cicloalquilo, alquilarilo, alquenilo, cicloalquenilo, alqueno, alquileno, arileno, alquilarileno, arilalquileno o cicloalquileno;

10 cada uno de R_1 y R_2 se selecciona individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alquenilo, cicloalquenilo, alqueno, alquileno o cicloalquileno; y

$n = 0-50$.

(iii) un derivado de pentano-2,4-diona que tiene la estructura

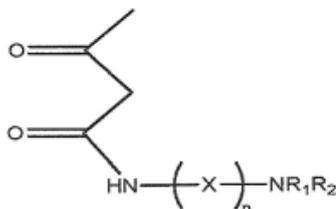


en donde X es un grupo de unión que conecta químicamente el grupo de anclaje al grupo amino básico,

15 cada uno de R_1 y R_2 se selecciona individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alquenilo, cicloalquenilo, alqueno, alquileno y cicloalquileno; y

$n = 0-50$; o

(iv) un derivado de 3-cetobutanamida que tiene la estructura



20 en donde X es un grupo de unión que conecta químicamente el grupo de anclaje al grupo amino básico,

cada uno de R_1 y R_2 se selecciona individualmente de hidrógeno, alquilo, cicloalquilo, alquenilo, cicloalquenilo, alqueno, alquileno y cicloalquileno; y

$n = 0-50$.

12. El proceso según la reivindicación 11, en donde el grupo de unión comprende

25 (a) una cadena alquílica de 1-8 átomos de carbono,

(b) una polieteramina que comprende poli(oxietileno) o poli(oxipropileno) o sus mezclas, con lo que el peso molecular medio de los grupos de unión es aproximadamente 220 a aproximadamente 2.000, o

(c) un átomo de carbono, oxígeno, nitrógeno, fósforo o azufre en el punto de acoplamiento al grupo de anclaje.

13. El proceso según la reivindicación 11, en donde el derivado de pentano-2,4-diona es 3-(2-aminoetil)pentano-2,4-diona.
14. El proceso según la reivindicación 11, en donde el derivado de 3-cetobutanamida (amidoacetato) es una etilendiaminoamida o una dietilentriaminoamida.
- 5 15. El proceso según la reivindicación 1, que comprende además por lo menos un tratamiento con un óxido seleccionado del grupo que consiste en óxido de aluminio, dióxido de silicio, óxido de zirconio, óxido de cerio, aluminosilicato o aluminofosfato.