



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 272 534**

(51) Int. Cl.:

C08K 3/10 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

C08K 9/00 (2006.01)

C09D 17/00 (2006.01)

C08K 9/02 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **01965966 .3**

(86) Fecha de presentación : **16.08.2001**

(87) Número de publicación de la solicitud: **1313801**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **28.05.2003**

(54) Título: **Suspensiones de dióxido de titanio que presentan una estabilidad mejorada.**

(30) Prioridad: **16.08.2000 US 639860**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2007

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2007

(73) Titular/es: **Millennium Inorganic Chemicals, Inc.**
200 International Circle
Hunt Valley, Maryland 21030, US

(72) Inventor/es: **Wen, Fu-Chu y**
Hua, Duen-Wu

(74) Agente: **Curell Suñol, Marcelino**

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

Suspensiones de dióxido de titanio que presentan una estabilidad mejorada.

La presente solicitud reivindica el beneficio de la fecha de presentación de la solicitud nº 09/639.860, presentada el 16 de agosto de 2000, con el título "Titanium Dioxide Slurries Having Improved Stability".

Antecedentes

Los pigmentos de dióxido de titanio (TiO_2) son pigmentos importantes en la fabricación de pinturas, plásticos, revestimientos y laminados de papel. El dióxido de titanio (TiO_2) se produce comercialmente en dos formas polimórficas cristalinas, concretamente la forma rutilo, que puede obtenerse por el procedimiento con cloruro y el procedimiento con sulfato, y la forma anatasa, que se obtiene por el procedimiento con sulfato. Estos dos procedimientos son bien conocidos en la técnica. Generalmente, en el proceso "cloruro", se obtienen cristales rutilo, mientras que en el procedimiento sulfato pueden obtenerse tanto cristales rutilo como cristales anatasa.

En lo referente al TiO_2 rutilo, se conoce el hecho de añadir compuestos de aluminio volátiles en la reacción de oxidación de tetracloruro de titanio (TiCl_4), principalmente con el fin de aumentar el contenido en rutilo del pigmento de TiO_2 que se produce. Típicamente, la cantidad de compuesto de aluminio que se añade es suficiente para formar aproximadamente entre 1 y 1,5 por ciento en peso de alúmina sobre la base del pigmento de TiO_2 , y esta cantidad ayuda a alcanzar más del 99 por ciento en peso de rutilo en el pigmento. A continuación, el TiO_2 resultante de la reacción de oxidación se somete a unos tratamientos determinados de acabado y trituración, en función del tipo deseado de producto de pigmento de TiO_2 final.

Frecuentemente, los tratamientos de acabado y trituración comprenden las etapas siguientes: a) dispersar las partículas de TiO_2 en un medio acuoso con el fin de formar una suspensión con una concentración en sólidos de TiO_2 relativamente baja; b) precipitar un revestimiento de óxido inorgánico hidratado, tal como alúmina, sílice y/u otros compuestos, sobre la superficie de las partículas de TiO_2 ; c) recuperar las partículas de TiO_2 tratadas superficialmente con óxido inorgánico a partir del medio acuoso por filtración; d) lavar las partículas de TiO_2 con el fin de eliminar sales de subproductos e impurezas; e) secar las partículas de pigmento de TiO_2 lavadas; f) triturar en seco las partículas de pigmento de TiO_2 secadas hasta el tamaño de partícula deseado utilizando un molino de energía fluida y, opcionalmente, si se desea una suspensión acuosa de pigmento de TiO_2 , g) dispersar el producto de pigmento en agua con el fin de obtener una suspensión con un contenido típico en sólidos de TiO_2 inferior a aproximadamente un 78 por ciento en peso.

El dióxido de titanio puede completarse dependiendo de la aplicación final (es decir, pinturas, plásticos, etc.). Por ejemplo, algunas etapas de acabado incluyen tratamientos de superficie húmedos con otros óxidos metálicos inorgánicos, tal como alúmina, sílice, fosfato, CeO_2 y similares, para procesabilidad y/o aplicaciones finales tal como se conocen en la técnica. A continuación, a las etapas de acabado les siguen el secado y la trituración. Estas etapas proporcionarán al pigmento acabado el tamaño de partícula, la distribución y las propiedades deseadas.

Generalmente, los productos concentrados de suspensión de TiO_2 rutilo se preparan dispersando el producto de pigmento acabado en agua, con el fin de obtener una suspensión con un contenido en sólidos de TiO_2 inferior a aproximadamente un 78 por ciento en peso. Típicamente, las suspensiones con un contenido en sólidos superior al 78 por ciento en peso exhiben efectos negativos sobre la estabilidad y otras propiedades físicas (es decir, dificultades de bombeo, floculación, gelificación y una fluidez baja o nula a lo largo del tiempo).

La estabilidad de la suspensión puede reducirse además si se trata el TiO_2 rutilo con un óxido inorgánico, tal como alúmina amorfa. Frecuentemente se añaden dispersantes a este tipo de suspensiones con el fin de que mantengan la viscosidad y la estabilidad de almacenamiento, de manera que pueden ser fácilmente manipuladas durante el transporte desde los fabricantes de TiO_2 hasta los clientes. Sin embargo, algunas suspensiones según la técnica anterior, incluso con dispersantes, tienden a gelificarse durante el almacenamiento convencional, lo que dificulta su bombeo y transporte.

Sobre la base a lo anterior, existe una necesidad de suspensiones de dióxido de titanio que presenten una estabilidad mejorada y sean útiles para la fabricación de laminados de papel, plásticos, pinturas y otros sistemas de revestimiento.

Sumario de la invención

La presente invención se refiere a suspensiones fortresistentes con una estabilidad mejorada que comprenden: i) menos de un 78 por ciento en peso de dióxido de titanio rutilo sobre la base del peso total de la suspensión con un tratamiento de superficie que comprende un compuesto de alúmina amorfo, ii) un agente dispersante de ácido poliacrílico que presenta un peso molecular promedio en peso (M_w) comprendido entre 2.000 y 5.000, el cual se neutraliza con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente, y iii) agua, presentando la suspensión un pH comprendido entre 6 y 8.

En comparación con las suspensiones según la técnica anterior, las suspensiones según la presente invención muestran una estabilidad mejorada y una tendencia reducida a la gelificación a lo largo del tiempo. En consecuencia, una ventaja de las suspensiones estables según la presente invención consiste en que pueden ser fácilmente manejadas y transportadas a otros lugares, tales como una planta de fabricación de laminados de papel, a la vez que mantienen sus características de flujo libre y de capacidad de ser bombeadas.

En otra forma de realización, la presente invención da a conocer procedimientos de preparación de suspensiones con una estabilidad mejorada que comprenden el mezclado de dióxido de titanio rutilo, tratado con un compuesto de alúmina amorfo, con agua y un agente dispersante de ácido poliacrílico que presenta un peso molecular comprendido entre 2.000 y 5.000, en condiciones tales que se forma la suspensión, neutralizándose el agente dispersante con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente, llevándose a cabo el mezclado a un pH comprendido entre 6 y 8, y estando presente el dióxido de titanio rutilo en una cantidad inferior al 78 por ciento en peso sobre la base del peso total de la suspensión.

Las suspensiones de estabilidad mejorada según la presente invención permiten muchas mejoras en apli-

caciones finales y expanden las limitaciones con las que debían trabajar hasta el momento muchos usuarios finales, tales como los fabricantes de papel.

Descripción detallada de la invención

Suspensiones de dióxido de titanio

La presente invención da a conocer suspensiones con una estabilidad mejorada. Las suspensiones según la presente invención pueden ser transportadas hasta los fabricantes para su utilización en la fabricación de productos tales como laminados de papel, pinturas y revestimientos, o para su utilización en otras aplicaciones de pigmentos. Alternativamente, las suspensiones pueden someterse a un procesamiento adicional, tal como trituration en húmedo, por ejemplo en un molino de arena o un molino de medio horizontal, con el fin de obtener una suspensión con un tamaño promedio de partícula de pigmento u otras características más deseables.

Se ha observado que las suspensiones según la presente invención, al someterse a un tratamiento posterior, se procesan más fácilmente que las suspensiones anteriores. Las suspensiones según la presente invención presentan propiedades de estabilidad mejorada y son más fáciles de bombear y dispersar, muestran una tendencia reducida a la floculación o gelificación y mantienen la fluidez a lo largo del tiempo. Estas últimas propiedades pueden atribuirse a diversos factores, incluyendo el contenido en sólidos, el pH de la suspensión y el dispersante utilizado.

La presente invención da a conocer suspensiones de TiO_2 rutilo con un contenido en sólidos inferior a 78 por ciento en peso. Típicamente, las suspensiones con un contenido en sólidos superior al 78 por ciento en peso son inestables, muestran una mayor tendencia a la gelificación y no mantienen la fluidez a lo largo del tiempo. Preferentemente, las suspensiones según la presente invención presentan un contenido en sólidos comprendido entre el 65 por ciento en peso y el 75 por ciento en peso de dióxido de titanio rutilo, sobre la base del peso total de la suspensión. Las suspensiones con concentraciones de TiO_2 inferiores a este valor tienden a sedimentar cuando se dejan reposar.

El dióxido de titanio que se utiliza en la preparación de la suspensión se produce comercialmente en dos formas polimórficas cristalinas, concretamente la forma rutilo, que puede obtenerse por el procedimiento con cloruro y el procedimiento con sulfato, y la forma anatasa, que habitualmente se obtiene por el procedimiento con sulfato. Estos dos procedimientos se describen generalmente en la patente US n° 2.559.638. La presente invención puede aplicarse a TiO_2 rutilo.

Preferentemente, el dióxido de titanio se trata superficialmente con un compuesto de alúmina amorfo con el fin de aumentar la fotorresistencia del pigmento. Existen diversos procedimientos de tratamiento de superficie conocidos por los expertos en la materia. Un tratamiento de superficie particularmente preferido es el tratamiento en húmedo con óxidos metálicos, tales como, por ejemplo, alúmina y fosfato.

Los compuestos de alúmina amorfos adecuados para el tratamiento de superficie del dióxido de titanio incluyen aluminatos de metales alcalinos solubles en agua, tales como, por ejemplo, aluminato de sodio o potasio amorfos, sulfato de aluminio o cloruro de aluminio. Muy preferentemente, el compuesto de alúmina soluble en agua es aluminato de sodio.

El porcentaje en peso del compuesto de alúmina

amorfo puede variar en función de la cantidad de alúmina amorfa que reviste sustancialmente el dióxido de titanio. Preferentemente, el compuesto de alúmina amorfo comprende menos del 5,5 por ciento en peso de alúmina procedente del tratamiento en húmedo de dióxido de titanio, sobre la base del peso total de dióxido de titanio. Más preferentemente, el compuesto de alúmina amorfo comprende entre el 1 por ciento en peso y el 5 por ciento en peso de alúmina amorfa.

Opcionalmente, el dióxido de titanio utilizado en la preparación de la suspensión puede tratarse superficialmente asimismo con un compuesto de fosfato. Los compuestos de fosfato incluyen compuestos de fosfato solubles en agua capaces de revestir el dióxido de titanio rutilo en las condiciones de trabajo utilizadas. Los compuestos de fosfato adecuados para su utilización en la presente invención incluyen pirofosfato de tetrapotasio, polifosfato de sodio, pirofosfato de tetrasodio (TetronTM), tripolifosfato de sodio, tripolifosfato de potasio, hexametafosfato de sodio (CalgonTM), ácido fosfórico y similares. Más preferentemente, el compuesto de fosfato soluble en agua es ácido fosfórico.

El porcentaje en peso del compuesto de fosfato puede variar en función de la capa deseada de fosfato. Preferentemente, el compuesto de fosfato comprende entre el 0,2 por ciento en peso y el 3,0 por ciento en peso de P_2O_5 sobre la base del peso de dióxido de titanio.

Los expertos en la materia comprenderán que pueden utilizarse asimismo otros óxidos metálicos inorgánicos (por ejemplo, óxidos metálicos hidratados) con el fin de revestir sustancialmente el dióxido de titanio. Algunos ejemplos de óxidos metálicos inorgánicos adecuados incluyen sílice, zirconia, CeO_2 y similares. Estos óxidos metálicos pueden utilizarse en una amplia variedad de porcentajes en peso, fácilmente determinados por los expertos en la materia.

En la forma de realización más preferida de la presente invención, el pigmento de dióxido de titanio comprende dióxido de titanio rutilo tratado con un alto nivel de P_2O_5 y alúmina amorfa. Este tipo de pigmento está disponible a través de la firma Millennium Inorganic Chemicals, MD, USA, bajo el nombre TIONA[®] RCL-722.

Agentes dispersantes de la suspensión, pH y viscosidad

Las soluciones de TiO_2 según la presente invención incluyen un agente dispersante con el fin de contribuir a la viscosidad, dispersabilidad, estabilidad y resistencia a la floculación. Los agentes dispersantes adecuados incluyen ácido poliacrílico. Tal como se utiliza en la presente memoria, el ácido poliacrílico incluye derivados del ácido poliacrílico. Algunos ejemplos de ácidos poliacrílicos y/o derivados del mismo incluyen homopolímeros de ácido poliacrílico, copolímeros de ácido poliacrílico y mezclas de los mismos. Preferentemente, los homopolímeros de ácido poliacrílico y copolímeros de ácido poliacrílico según la presente invención incluyen, por lo menos, un comonomero seleccionado de entre el grupo constituido por ácido maleico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido crotonico, ácido fumárico, acrilamida, acrilonitrilo, etileno, propileno, estireno y ésteres de los ácidos anteriores, habiéndose neutralizado parcial o completamente los homopolímeros o copolímeros con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente. Estos agentes dispersantes pue-

den estar presentes en cantidades de hasta un 5 por ciento en peso. Preferentemente, los dispersantes están presentes en cantidades comprendidas entre 0,05 y 2 por ciento en peso, más preferentemente entre 0,2 y 1 ó 2 por ciento en peso; y de la forma más preferida entre 0,2 y 0,5 por ciento en peso sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

Los dispersantes preferidos de ácido poliacrílico o derivados del mismo, útiles en la aplicación de la presente invención, se producen mediante procedimientos conocidos de polimerización. Estos dispersantes se describen con mayor detalle en la patente US nº 5.746.819.

El agente dispersante presenta un peso molecular promedio (Mw) comprendido entre 2.000 y 5.000. Preferentemente, el agente dispersante se ha neutralizado parcial o completamente con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente. El agente neutralizante que comprende el grupo monovalente incluye grupos seleccionados de entre cationes de metales alcalinos, amonio, aminas alifáticas o cíclicas, primarias, secundarias o terciarias. Los cationes monovalentes más preferidos son sodio y/o potasio.

El grado deseado de neutralización puede alcanzarse neutralizando el dispersante de ácido poliacrílico o derivado del mismo con el agente neutralizante. El dispersante de ácido poliacrílico o derivado del mismo presenta lugares ácidos que pueden neutralizarse parcial o completamente con el agente neutralizante. Consiguientemente, pueden mezclarse en proporciones adecuadas uno o más agentes neutralizantes que presentan cationes monovalentes, tal como, por ejemplo, iones Na i K.

Se ha comprobado que los agentes dispersantes derivados de ácido no poliacrílico presentan diversas desventajas, destacando una viscosidad y estabilidad más pobres de lo deseado, tendencia a formar espuma y tendencia a flocularse en sus aplicaciones prácticas, en comparación con los dispersantes de ácido poliacrílico. Consiguientemente, las suspensiones según la presente invención exhiben una estabilidad mejorada. Algunas propiedades de estabilidad mejorada incluyen una mejor fluidez, viscosidad, capacidad de bombeo, dispersabilidad y tendencia reducida a la floculación o gelificación a lo largo del tiempo.

Por ejemplo, las mejoras observadas en la estabilidad de las suspensiones incluyen una tendencia reducida a la gelificación a lo largo, preferentemente, de por lo menos 5 días, más preferentemente, por lo menos, 20 días y de la forma más preferida, por lo menos, 30 días. Estas propiedades mejoradas se deben en parte al dispersante de ácido poliacrílico, así como al pH de la suspensión.

Las suspensiones según la presente invención presentan un valor de pH preferentemente inferior a aproximadamente 8, y más preferentemente comprendido entre 6 y 8. El pH de la suspensión es importante. Las suspensiones que presentan intervalos de pH superiores o inferiores tienden a ser inestables y muestran una tendencia aumentada a gelificarse a lo largo del tiempo. Aunque el pH deseado para cualquier suspensión depende de la aplicación final de la suspensión, son particularmente ventajosas las suspensiones de rutilo con alto contenido en sólidos a valores de pH comprendidos entre 6 y 8.

Las suspensiones preparadas mediante procedimientos según la presente invención pueden presen-

tar viscosidades dentro de un amplio intervalo en función de la utilización de la suspensión y de las condiciones y equipos de tratamiento a los que se verá sometida (por ejemplo, bombeo, mezclado, llamada, filtración). Las suspensiones según la presente invención generalmente tienden a volverse no fácilmente bombeables a una viscosidad Brookfield mucho mayor de 1.500 cps; son preferidas las suspensiones con una viscosidad Brookfield inferior a 1.500 cps, son más preferidas las suspensiones con una viscosidad Brookfield menor de 1.000 cps. Para viscosidades muy bajas, el TiO₂ rutilo tiende a separarse indebidamente de la suspensión por sedimentación. De este modo, las suspensiones más preferidas son las que presentan viscosidades Brookfield comprendidas entre 200 y 1.000 cps. Para los propósitos de la presente aplicación, todas las viscosidades Brookfield se indican tal como se miden utilizando un viscosímetro Brookfield modelo LVT con aguja número 3 rotando a 60 rpm.

Preparación de las suspensiones

La presente invención se refiere asimismo a procedimientos de preparación de suspensiones con una estabilidad mejorada. Los procedimientos incluyen el mezclado de dióxido de titanio rutilo, tratado superficialmente con un compuesto de alúmina amorfo, con agua y un agente dispersante de ácido poliacrílico que presenta un peso molecular comprendido entre 2.000 y 5.000, en condiciones tales que se forma la suspensión. El agente dispersante se neutraliza con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente, y el mezclado se lleva a cabo a un pH comprendido entre 6 y 8.

Las suspensiones de dióxido de titanio pueden prepararse mediante procedimientos bien conocidos en la técnica. Tal como se ha descrito anteriormente, el contenido en sólidos de TiO₂ está comprendido entre el 65 por ciento en peso y el 78 por ciento en peso de dióxido de titanio rutilo sobre la base del peso total de la suspensión, siendo preferentes contenidos en sólidos comprendidos entre el 65 por ciento en peso y el 75 por ciento en peso. El dióxido de titanio se trata superficialmente con alúmina amorfa y opcionalmente un fosfato.

En una forma de realización de la presente invención, las suspensiones con una estabilidad mejorada se preparan mezclando dióxido de titanio tratado superficialmente con alúmina amorfa, agua y un agente dispersante de ácido poliacrílico que presenta un grupo monovalente, tal como se ha descrito anteriormente. Para el procedimiento según la invención, puede utilizarse agua corriente o agua desionizada. Preferentemente, el mezclado de la suspensión se alcanza utilizando una hélice tipo Cowles en un mezclador con una potencia en caballos adecuada. Más preferentemente, el mezclado incluye un mezclado adecuado para romper los aglomerados. El mezclado más preferido es el mezclado de alto cizallamiento.

Preferentemente, el pH de la suspensión está comprendido entre 6 y 8. El pH de la suspensión puede ajustarse a este intervalo deseado de pH utilizando procedimientos conocidos en la técnica. Por ejemplo, si es necesario realizar un ajuste del pH de la suspensión, dichos ajustes pueden llevarse a cabo simplemente añadiendo el agente dispersante de ácido poliacrílico, un ácido adecuado o una base adecuada. Los ácidos adecuados incluyen ácidos solubles en agua, tal como ácido hidroclórico, ácido sulfúrico, ácido

fosfórico, ácido nítrico y similares. Las bases adecuadas incluyen bases alcalinas solubles en agua, tal como amoníaco, hidróxido sódico u otros compuestos alcalinos adecuados.

En la forma de realización más preferida de la presente invención, la suspensión de TiO_2 con estabilidad mejorada se prepara introduciendo el agente dispersante de ácido poliacrílico en agua y añadiendo el TiO_2 tratado superficialmente con una alúmina amorfa con un mezclado adecuado para romper los aglomerados, obteniéndose de este modo una suspensión uniforme no gelificante.

Los expertos en la materia conocen o pueden determinar fácilmente el hecho de que las condiciones adecuadas para formar la suspensión incluyen parámetros tales como, por ejemplo, los ajustes del mezclador, los tiempos de mezclado y adición, etc. Estos parámetros pueden ajustarse o mantenerse en un intervalo que facilite la preparación de las suspensiones según la presente invención.

Los ejemplos siguientes se exponen con el fin de facilitar la comprensión de la presente invención y no pretenden limitar la invención en ningún aspecto ni deben considerarse como limitantes de la misma.

Ejemplos

Los ejemplos siguientes demuestran, entre otras cosas, que las suspensiones según la presente invención presentan una estabilidad mejorada. Las suspensiones según la presente invención, preparadas a un pH comprendido entre 6,0 y 8,0 utilizando un dispersante de ácido poliacrílico con un peso molecular comprendido entre 2.000 y 5.000, resisten la formación de gel.

Ejemplo 1

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 20 gramos de solución Alcosperse-149 (40% poliacrilato de sodio activo, Mw: 2.500, de Alco Chemical, TN) en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron lentamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (TIONA® RCL-722 contiene P_2O_5 y alúmina amorfa sobre la base del peso de pigmento, disponible a través de la firma Millennium Inorganic Chemicals, MD) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. Los sólidos se ajustaron al 72,5%. La viscosidad inicial de la suspensión fue de 366 cps y el pH fue de 7,35. La viscosidad de la suspensión fue inferior a 1.000 cps tras 30 días y, en este periodo de tiempo, no se observó gelificación.

Ejemplo 2

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 17,78 gramos de solución Narlex LD29 (homopolímero de ácido poliacrílico 45% activo, Mw: 2.000, disponible comercialmente a través de Alco Chemical, TN) en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron lentamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (RCL-722) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. Los sólidos se ajustaron al 72,5%. La viscosidad inicial de la suspensión fue de 292 cps y el pH fue de 7,28. La viscosidad de la suspensión fue inferior a 1.000 cps tras 20 días y, en este periodo de tiempo, no se observó gelificación.

Ejemplo 3

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 16 gramos de solución Tamol 1124 (copolímero de ácido poliacrílico funcionalizado 50% activo, Mw: 2.200, disponible a través de Rohm & Haas Co, PA) en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron lentamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (RCL-722) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. Los sólidos se ajustaron al 72,5%. La viscosidad inicial de la suspensión fue de 365 cps y el pH fue de 7,19. La viscosidad de la suspensión fue inferior a 1.000 cps tras 20 días y, en este periodo de tiempo, no se observó gelificación.

Ejemplo 4

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 22,9 gramos de solución Tamol 1254 (copolímero de poliacrilato funcionalizado 50% activo, Mw: 3.500, disponible a través de Rohm & Haas Co, PA, Mw: 3.500) en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron lentamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (RCL-722) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. Los sólidos se ajustaron al 72,5%. La viscosidad inicial de la suspensión fue de 390 cps y el pH fue de 7,36. La viscosidad de la suspensión fue inferior a 1.000 cps tras 20 días y, en este periodo de tiempo, no se observó gelificación.

Ejemplo Comparativo A

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 12,5 gramos de solución Alcosperse-149 en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron lentamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (RCL-722) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. El pH de la suspensión se ajustó a 8,6 con solución de NaOH al 50%. La viscosidad inicial de la suspensión fue de 370 cps, pero se gelificó tras 1 día y permaneció gelificada tras 20 días.

Ejemplo Comparativo B

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 12,5 gramos de solución Alcosperse-149 en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron lentamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (RCL-722) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. El pH de la suspensión se ajustó a 8,5 con 2-amino-2-metil-1-propanol (AMP-95). La viscosidad inicial de la suspensión fue de 334 cps, pero se gelificó en un día y permaneció gelificada tras 20 días.

Ejemplo Comparativo C

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 2,1 gramos de solución de 2-amino-2-metil-1-propanol y 6 gramos de TKPP (pirofosfato de tetrapotasio 100% activo, Canada Colors and Chemical Limited, Ontario) en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron len-

tamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (RCL-722) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. El pH inicial de la suspensión fue 7,77 y la viscosidad fue de 600 cps, pero se gelificó en un día y permaneció en estado gelificado tras 20 días.

Ejemplo Comparativo D

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 22,9 gramos de solución de Tamol SG-1 (Mw: 13.000, copolímero de poliacrilato funcionalizado 50% activo) en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron lentamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (RCL-722) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. Los sólidos se ajusta-

ron al 72,5%. La viscosidad inicial de la suspensión fue 1.660 cps y el pH fue 7,1. La suspensión se gelificó en 1 día y permaneció en estado gelificado tras 20 días.

Ejemplo Comparativo E

Se mezclaron 750 gramos de agua corriente y 26,7 gramos de solución de Tamol 901 (Mw: 12.000) en un recipiente de plástico de 2.000 ml durante 5 minutos y a 1.000 rpm, utilizando un dispersador de laboratorio modelo 90 Premier, equipado con una hélice tipo Cowles de 2 pulgadas. Se añadieron lentamente 2.000 gramos de pigmento seco de dióxido de titanio (RCL-722) a 1.500 rpm. La suspensión se mezcló a 2.000 rpm durante 5 minutos. Los sólidos se ajustaron al 72,5%. La viscosidad inicial de la suspensión fue 502 cps y el pH fue 7,48. La suspensión se gelificó tras 3 días y permaneció en estado gelificado.

REIVINDICACIONES

1. Suspensión que presenta una estabilidad mejorada que comprende: i) menos de 78 por ciento en peso de dióxido de titanio rutilo sobre la base del peso total de la suspensión con un tratamiento de superficie que comprende un compuesto de alúmina amorfo, ii) un agente dispersante de ácido poliacrílico que presenta un peso molecular en el intervalo comprendido entre 2.000 y 5.000, el cual se neutraliza con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente, y iii) agua, en la que la suspensión presenta un pH comprendido entre 6 y 8.

2. Suspensión según la reivindicación 1, en la que la suspensión comprende entre 65 por ciento en peso y 75 por ciento en peso de dióxido de titanio rutilo.

3. Suspensión según la reivindicación 1, en la que el agente dispersante de ácido poliacrílico se selecciona de entre el grupo constituido por homopolímeros de ácido poliacrílico, copolímeros de ácido poliacrílico y mezclas de los mismos.

4. Suspensión según la reivindicación 3, en la que el agente dispersante comprende un homopolímero o copolímero de ácido poliacrílico que comprende por lo menos un comonomero seleccionado de entre el grupo constituido por ácido maleico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido crotonico, ácido fumárico, acrilamida, acrilonitrilo, etileno, propileno, estireno y ésteres de los ácidos, en la que ha sido neutralizado parcial o completamente el homopolímero o copolímero con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente.

5. Suspensión según la reivindicación 4, en la que el agente dispersante comprende una cantidad de 0,2 por ciento en peso a 2,0 por ciento en peso sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

6. Suspensión según la reivindicación 4, en la que el agente dispersante comprende una cantidad de 0,2 por ciento en peso a 1,0 por ciento en peso sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

7. Suspensión según la reivindicación 4, en la que el agente dispersante comprende una cantidad de 0,2 por ciento en peso a 0,5 por ciento en peso sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

8. Suspensión según la reivindicación 1, en la que el compuesto de alúmina amorfo comprende menos de 5,5 por ciento en peso de alúmina procedente del tratamiento en húmedo de dióxido de titanio, sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

9. Suspensión según la reivindicación 1, en la que el compuesto de alúmina amorfo comprende entre 1 por ciento en peso y 5 por ciento en peso de alúmina procedente del tratamiento en húmedo de dióxido de titanio, sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

10. Suspensión según la reivindicación 1, en la que el dióxido de titanio se trata con un compuesto de fosfato.

11. Suspensión según la reivindicación 10, en la que el compuesto de fosfato comprende entre 0,2 por ciento en peso y 3,0 por ciento en peso de P_2O_5 sobre la base del peso de dióxido de titanio.

12. Suspensión según la reivindicación 1, en la que la suspensión presenta una viscosidad Brookfield inferior a 1.500 cps.

13. Suspensión según la reivindicación 12, en la que la viscosidad es inferior a 1.000 cps.

14. Suspensión según la reivindicación 12, en la

que la viscosidad está comprendida entre 200 y 1.000 cps.

15. Procedimiento para la preparación de una suspensión que presenta una estabilidad mejorada que comprende en el intervalo i) mezclar dióxido de titanio rutilo tratado con un compuesto de alúmina amorfo; ii) agua; y iii) un agente dispersante de ácido poliacrílico que presenta un peso molecular comprendido entre 2.000 y 5.000, en condiciones tales que se forma la suspensión, en el que el agente dispersante o el derivado del mismo es neutralizado con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente, llevándose a cabo el mezclado a un pH comprendido entre 6 y 8, y en el que el dióxido de titanio rutilo está presente en una cantidad inferior a 78 por ciento en peso sobre la base del peso total de la suspensión.

16. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que la suspensión comprende de 65 por ciento en peso a 75 por ciento en peso de dióxido de titanio rutilo sobre la base del peso total de la suspensión.

17. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que el agente dispersante comprende una cantidad de 0,2 por ciento en peso a 2,0 por ciento en peso sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

18. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que el agente dispersante comprende una cantidad de 0,2 por ciento en peso a 1,0 por ciento en peso sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

19. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que el agente dispersante comprende una cantidad de 0,2 por ciento en peso a 0,5 por ciento en peso sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

20. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que el agente dispersante de ácido poliacrílico se selecciona de entre el grupo constituido por homopolímeros de ácido poliacrílico, copolímeros de ácido poliacrílico y mezclas de los mismos.

21. Procedimiento según la reivindicación 20, en el que el agente dispersante es un homopolímero o copolímero de ácido poliacrílico que comprende por lo menos un comonomero seleccionado de entre el grupo constituido por ácido maleico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido crotonico, ácido fumárico, acrilamida, acrilonitrilo, etileno, propileno, estireno y ésteres de los ácidos, en el que el homopolímero o copolímero ha sido neutralizado parcial o completamente con un agente neutralizante que presenta un grupo monovalente.

22. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que el compuesto de alúmina amorfo comprende menos de 5,5 por ciento en peso de alúmina procedente del tratamiento en húmedo de dióxido de titanio sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

23. Procedimiento según la reivindicación 22, en el que el compuesto de alúmina amorfo comprende de 1 por ciento en peso a 5 por ciento en peso de alúmina procedente del tratamiento en húmedo de dióxido de titanio, sobre la base del peso total de dióxido de titanio.

24. Procedimiento según la reivindicación 15, en el que el dióxido de titanio se trata con un compuesto de fosfato.

25. Procedimiento según la reivindicación 24, en el que el compuesto de fosfato comprende entre un 0,2 por ciento en peso y un 3,0 por ciento en peso de P_2O_5 sobre la base del peso de dióxido de titanio.

26. Procedimiento según la reivindicación 15, en

el que la suspensión presenta una viscosidad Brookfield inferior a 1.500 cps.

27. Procedimiento según la reivindicación 26, en el que la viscosidad es inferior a 1.000 cps.

28. Procedimiento según la reivindicación 26, en el que la viscosidad está comprendida entre 200 y 1.000 cps.

29. Procedimiento según la reivindicación 15, en

el que se forma una mezcla del ácido poliacrílico en agua antes de la adición del dióxido de titanio rutilo tratado superficialmente con un compuesto de alúmina amorfo.

30. Procedimiento según la reivindicación 29, en el que el mezclado consiste en un mezclado de alto cizallamiento.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65