

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 988 435**

51 Int. Cl.:

C09C 1/36 (2006.01)

C09C 3/08 (2006.01)

C08K 9/04 (2006.01)

C08K 9/08 (2006.01)

C09C 3/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.08.2016** **PCT/US2016/045178**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.03.2017** **WO17044203**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.08.2016** **E 16844851 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.09.2024** **EP 3347420**

54 Título: **Pigmentos inorgánicos con superficie tratada con ésteres de poliol**

30 Prioridad:

11.09.2015 US 201514851634

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.11.2024

73 Titular/es:

TRONOX LLC (100.0%)
3301 NW 150th
Oklahoma City, OK 73134, US

72 Inventor/es:

GOPARAJU, VENKATA, RAMA RAO y
KAZEROONI, VAHID

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 988 435 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

Pigmentos inorgánicos con superficie tratada con ésteres de poliol

5 **Antecedentes**

Los pigmentos inorgánicos se utilizan como opacificantes y colorantes en diversas aplicaciones, incluido el recubrimiento (por ejemplo, tinta y pintura), aplicaciones de plástico y papel. La eficacia de los pigmentos inorgánicos en tales aplicaciones depende en parte de cuán uniformemente se pueda dispersar el pigmento en la respectiva composición base (por ejemplo, una composición polimérica).

Para facilitar la distribución uniforme de los pigmentos inorgánicos en las composiciones base, los pigmentos normalmente se conforman en polvos finamente divididos. Por ejemplo, el tamaño de partícula de un pigmento se puede reducir moliendo o micronizando el pigmento durante las etapas de acabado del proceso de fabricación del pigmento.

Por desgracia, los polvos de pigmento tienden a ser polvorientos y presentan características de flujo deficientes. Estos problemas pueden hacer que los polvos de pigmento sean difíciles de envasar y transportar y crear problemas en la conformación, la preparación y la fabricación de productos de uso final. Las características de flujo deficientes de las partículas de pigmento pueden hacer que la cantidad de tiempo y energía necesarias para dispersar suficientemente las partículas en las composiciones base sean excesivamente altas. La dispersión de polvos de pigmento en composiciones poliméricas puede ser especialmente problemática.

Aumentar la capacidad de los pigmentos inorgánicos para dispersarse en composiciones base hace que los pigmentos sean más adecuados para aplicaciones de uso final.

El documento EP 0498122 A1 describe dióxido de titanio en partículas que tiene en sus partículas un éster o éster parcial de un compuesto hidroxílico orgánico que contiene de 1 a 6 grupos OH y un ácido monocarboxílico C₁₀ a C₂₂ saturado alifático.

El documento US 5567754 A describe concentrados termoplásticos que comprenden pigmentos inorgánicos, tales como dióxido de titanio, tratados con un agente de tratamiento de poliol de éster parcial y ácido monocarboxílico insaturado, de fórmula R(OH)_xCOOR', en donde R es un radical alquilo o arilo que contiene de aproximadamente 2 a aproximadamente 20 átomos de carbono, R' es un radical alquilo insaturado que contiene de aproximadamente 6 a aproximadamente 20 átomos de carbono, y x es un número de aproximadamente 2 a aproximadamente 6.

35 **Descripción detallada**

La presente divulgación se puede entender más fácilmente haciendo referencia a esta descripción detallada, así como a los ejemplos incluidos en el presente documento. Se exponen numerosos detalles específicos para proporcionar una comprensión profunda de los ejemplos descritos en el presente documento. No obstante, los expertos en la materia comprenderán que los ejemplos descritos en el presente documento se pueden poner en práctica sin estos detalles específicos. En otros casos, no se han descrito en detalle los métodos, procedimientos y componentes para evitar ocultar la característica pertinente relacionada que se está describiendo. Además, la descripción no debe considerarse como limitante del alcance de los ejemplos.

De acuerdo con la presente divulgación, se proporciona un pigmento inorgánico en partículas tratado y un método para formar un pigmento inorgánico en partículas tratado. En otro aspecto, la presente divulgación incluye una composición polimérica que incluye un pigmento inorgánico en partículas.

El pigmento inorgánico en partículas tratado descrito en el presente documento comprende una pluralidad de partículas de pigmento y un éster de trimetilolpropano depositado sobre las superficies de las partículas de pigmento. Tal como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones adjuntas, "depositado" sobre las superficies de las partículas de pigmento significa depositado directa o indirectamente sobre las superficies de las partículas de pigmento a menos que se indique lo contrario.

Por ejemplo, las partículas de pigmento del pigmento de óxido inorgánico en partículas tratado en el presente documento puede estar formadas por un pigmento seleccionado del grupo que consiste en dióxido de titanio, carbonato básico de plomo blanco, sulfato básico de plomo blanco, silicato básico de plomo blanco, sulfuro de cinc, pigmentos compuestos de sulfuro de cinc y sulfato de bario, óxido de cinc, óxido de antimonio, óxido de hierro, óxido de plomo, óxido de aluminio, dióxido de silicio, óxido de cromo, óxido de circonio, carbonato de calcio, sulfato de calcio, arcilla de porcelana, arcilla de caolín, mica, tierra de diatomeas, sulfuro de cadmio, seleniuro de cadmio, cromato de plomo, cromato de cinc, titanato de níquel y mezclas de los mismos. Por ejemplo, las partículas de pigmento pueden estar formadas por dióxido de titanio. Por ejemplo, el dióxido de titanio puede tener una estructura cristalina de rutilo o una combinación de una estructura cristalina de anatasa y una estructura cristalina de rutilo. Por ejemplo, el dióxido de titanio puede tener una estructura cristalina de rutilo. Por ejemplo, el dióxido de titanio puede formarse mediante el proceso de sulfato o de cloruro. Por ejemplo, el dióxido de titanio se puede formar mediante el proceso de cloruro.

En el proceso de sulfato para la fabricación de dióxido de titanio, por ejemplo, un mineral de escoria de titanio se disuelve en ácido sulfúrico para formar sulfato de titanio. A continuación, el sulfato de titanio se hidroliza para formar dióxido de titanio hidratado. El dióxido de titanio hidratado se calienta en un calcinador para hacer crecer cristales de dióxido de titanio hasta alcanzar dimensiones pigmentarias.

En el proceso de cloruro para la fabricación de dióxido de titanio, por ejemplo, un mineral de dióxido de titanio seco se introduce en un clorador junto con coque y cloro para producir un haluro de titanio gaseoso (tal como el tetracloruro de titanio). El haluro de titanio producido se purifica y oxida en un reactor especialmente diseñado a alta temperatura para producir partículas de dióxido de titanio que tienen un tamaño de partícula deseado. Normalmente se añade cloruro de aluminio u otro cooxidante al haluro de titanio en el reactor de oxidación para facilitar la formación de rutilo y controlar el tamaño de partícula. A continuación, se enfrían el dióxido de titanio y los productos de reacción gaseosos y se recuperan las partículas de dióxido de titanio.

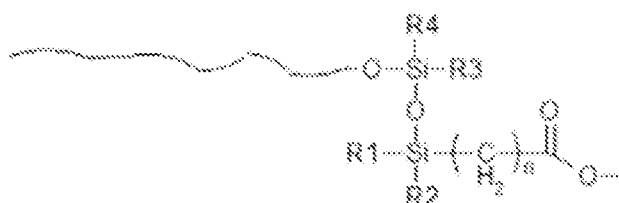
Las partículas de pigmento del óxido inorgánico tratado divulgadas en el presente documento pueden tratarse con diversos componentes tal como se conoce en la técnica. Por ejemplo, se puede depositar al menos un recubrimiento inorgánico sobre las superficies de las partículas de pigmento. Por ejemplo, se puede depositar al menos un recubrimiento inorgánico seleccionado del grupo que consiste en recubrimientos de óxidos metálicos, recubrimientos de hidróxidos metálicos y mezclas de los mismos sobre las superficies de las partículas de pigmento. Por ejemplo, se puede depositar al menos un recubrimiento inorgánico seleccionado del grupo que consiste en recubrimientos de sílice, recubrimientos de alúmina y mezclas de los mismos sobre las superficies de las partículas de pigmento. Los recubrimientos inorgánicos se pueden utilizar para impartir una o más propiedades y/o características a las partículas de pigmento para hacer que éstas sean más adecuadas para usos finales específicos. Por ejemplo, se pueden utilizar recubrimientos de sílice y/o alúmina para ayudar a mejorar las propiedades humectantes y dispersantes de las partículas de pigmento.

El éster de trimetilolpropano depositado sobre las superficies de las partículas de pigmento se puede obtener haciendo reaccionar al menos un ácido graso saturado con trimetilolpropano. Los ácidos grasos esterifican parcial o totalmente el trimetilolpropano para formar un éster de trimetilolpropano.

Por ejemplo, los ácidos grasos utilizados para formar el éster de trimetilolpropano pueden ser un ácido graso saturado monobásico o dibásico, lineal o ramificado. Por ejemplo, los ácidos grasos pueden ser un ácido graso saturado de cadena lineal. Por ejemplo, los ácidos grasos pueden ser un ácido graso saturado de cadena ramificada. Por ejemplo, los ácidos grasos pueden ser un ácido dimérico. Por ejemplo, los ácidos grasos pueden tener de 6 a 24 átomos de carbono. Por ejemplo, los ácidos grasos pueden tener de 8 a 20 átomos de carbono. A modo de ejemplo adicional, los ácidos grasos pueden tener de 8 a 16 átomos de carbono.

Por ejemplo, los ácidos grasos utilizados para formar el éster de trimetilolpropano se pueden seleccionar del grupo que consiste en ácido trimetilhexanoico, ácido octanoico, ácido decanoico, ácido dodecanoico, ácido mirístico, ácido esteárico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido palmítico, ácido aráquico, ácido behénico, ácido adípico, ácido sebácico, ácido azelaico y mezclas de los mismos. Por ejemplo, los ácidos grasos pueden seleccionarse del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico y mezclas de los mismos.

Como otro ejemplo, los ácidos grasos utilizados para formar el éster de trimetilolpropano pueden ser un ácido graso que ha reaccionado con un compuesto de silicona para formar un ácido graso modificado con silicona o una silicona modificada con ácido graso. Tal como se usa en el presente documento y en las reivindicaciones adjuntas, "ácido graso modificado con silicona" y "silicona modificada con ácido graso" significan lo mismo y pueden usarse indistintamente. Por ejemplo, las siliconas modificadas con ácidos grasos adecuadas para su uso en el presente documento pueden tener la siguiente fórmula:



en donde R1, R2, R3 y R4 se seleccionan cada uno entre un resto hidrógeno, un grupo metilo (CH₃) y un grupo alquilo superior, y en donde R1, R2, R3 y R4 pueden ser iguales o diferentes.

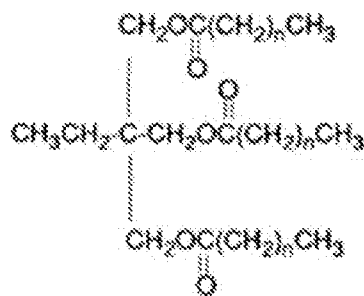
Si se utilizan dos o más ácidos grasos para esterificar parcial o totalmente el trimetilolpropano, el tipo y las características de cada ácido graso dentro de los parámetros anteriores pueden variar.

Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede obtener haciendo reaccionar al menos un ácido graso seleccionado

del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, una silicona modificada con ácidos grasos y mezclas de los mismos con trimetilolpropano. Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede obtener haciendo reaccionar al menos un ácido graso seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, una silicona modificada con ácidos grasos y mezclas de los mismos con trimetilolpropano.

Por ejemplo, los ésteres de trimetilolpropano se pueden seleccionar del grupo que consiste en trilaurato de trimetilolpropano, tricocoato de trimetilolpropano, triestearato de trimetilolpropano y mezclas de los mismos.

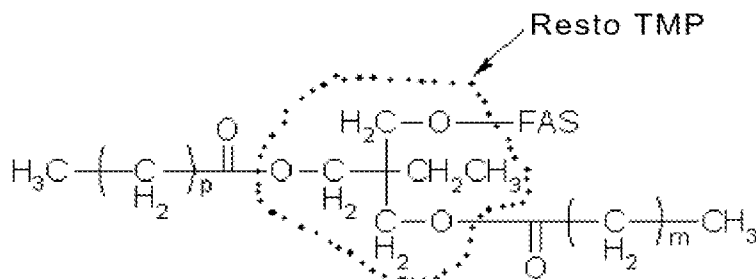
A continuación, se muestra un ejemplo de un éster de trimetilolpropano específico que se puede utilizar:



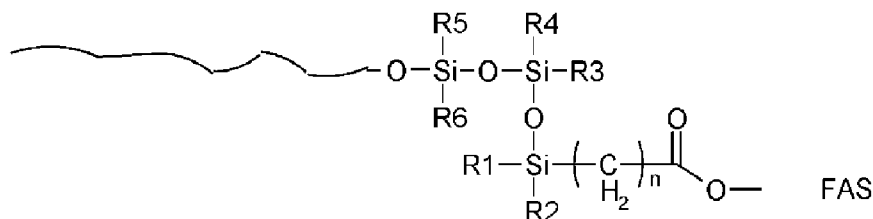
Éster de 1,1,1-trimetilpropeno (TMPE)

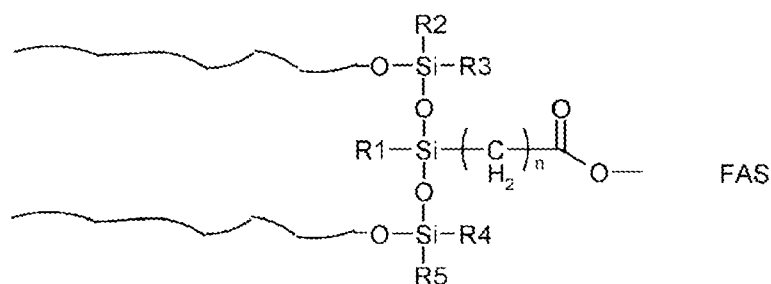
Algunos ejemplos de ésteres de trimetilolpropano adecuados que incluyen un grupo funcional de silicona (también denominados multiésteres de silicona) y que son adecuados para su uso como el éster de trimetilolpropano descrito en el presente documento son comercializados por Siltech Corporation, en asociación con el nombre comercial Silube® TMP D2 (siliconas ramificadas con grupos grasos C8/C10), Silube® TMP D219 (siliconas ramificadas con grupos grasos C18), y Silube® TMP D218 (siliconas ramificadas con grupos grasos C18 ramificados).

A continuación, se muestra un ejemplo de un éster de trimetilolpropano elaborado mediante la reacción de una silicona modificada con ácido graso ("fatty acid modified silicone", FAS) con trimetilolpropano (TMP):



Algunos ejemplos de siliconas modificadas con ácido graso que pueden ser la silicona modificada con ácido graso en la fórmula anterior (FAS) incluyen los siguientes:





en donde R1, R2, R3, R4, R5 y R6 pueden seleccionarse cada uno entre un resto hidrógeno, un grupo metilo (CH₃) y un grupo alquilo superior, y en donde R1, R2, R3, R4, R5 y R6 pueden ser iguales o diferentes.

Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre las superficies de las partículas de pigmento en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,2 % a aproximadamente el 2,0 % en peso, sobre el peso total de las partículas de pigmento. Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre las superficies de las partículas de pigmento en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,4% a aproximadamente el 1,0% en peso, sobre el peso total de las partículas de pigmento. Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre las superficies de las partículas de pigmento en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,5% a aproximadamente el 0,8% en peso, sobre el peso total de las partículas de pigmento. La cantidad exacta de éster de trimetilolpropano depositado sobre las superficies de las partículas de pigmento normalmente variará en función de la aplicación.

Si se desea, se pueden depositar dos o más ésteres de trimetilolpropano como se describió anteriormente sobre las superficies de las partículas de pigmento.

El método de formación de un pigmento inorgánico en partículas tratado de acuerdo con la presente divulgación comprende proporcionar una pluralidad de partículas de pigmento, proporcionar un éster de trimetilolpropano y depositar el éster de trimetilolpropano sobre las superficies de las partículas de pigmento. Las partículas de pigmento utilizadas en el método son las partículas de pigmento descritas anteriormente. El éster de trimetilolpropano utilizado en el método es el éster de trimetilolpropano descrito anteriormente. Por ejemplo, las partículas de pigmento pueden ser partículas de dióxido de titanio.

Por ejemplo, en el momento en que el éster de trimetilolpropano se deposita sobre las superficies de las partículas de pigmento, las partículas de pigmento pueden tener un tamaño de partícula primaria en el intervalo de aproximadamente 0,05 micrómetros a aproximadamente 1,0 micrómetros, normalmente en el intervalo de aproximadamente 0,2 micrómetros a aproximadamente 0,6 micrómetros. Si se desea, se pueden depositar dos o más ésteres de trimetilolpropano como se describió anteriormente sobre las superficies de las partículas de pigmento.

El éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre el pigmento inorgánico, ya sea directamente sobre las superficies de las partículas de pigmento o sobre uno o más componentes (por ejemplo, recubrimientos de alúmina y/o sílice) que se han depositado sobre las superficies de las partículas de pigmento, mediante cualquiera de los métodos conocidos en la técnica. Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre las superficies de las partículas de pigmento moliendo el éster de trimetilolpropano y las partículas de pigmento juntas en un molino de energía fluida, rociando el éster de trimetilolpropano sobre las superficies de las partículas de pigmento, mezclando el éster de trimetilolpropano con las partículas de pigmento en forma seca, o mezclando el éster de trimetilolpropano y las partículas de pigmento juntos (opcionalmente con un agente dispersante) en una suspensión acuosa. Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre las superficies de las partículas de pigmento mezclando el éster de trimetilolpropano con las partículas de pigmento en una suspensión acuosa y secando posteriormente la suspensión. Por ejemplo, la suspensión acuosa puede ser la misma suspensión acuosa que se ha utilizado para recubrir al menos un recubrimiento inorgánico sobre las superficies de las partículas de pigmento. Por ejemplo, una vez que el éster de trimetilolpropano se ha depositado sobre las superficies de las partículas de pigmento, el pigmento inorgánico en partículas tratado se puede secar y moler (por ejemplo, molienda con vapor).

Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre las superficies de las partículas de pigmento en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,2 % a aproximadamente el 2,0 % en peso, sobre el peso total de las partículas de pigmento. Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre las superficies de las partículas de pigmento en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,4% a aproximadamente el 1,0% en peso, sobre el peso total de las partículas de pigmento. Por ejemplo, el éster de trimetilolpropano se puede depositar sobre las superficies de las partículas de pigmento en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,5% a aproximadamente el 0,8% en peso, sobre el peso total de las partículas de pigmento. La cantidad exacta de éster de trimetilolpropano depositado sobre las superficies de las partículas de pigmento normalmente variará en función de la aplicación.

Por ejemplo, se forma una suspensión aglomerada de dióxido de titanio bruta utilizando hexametáfosfato de sodio

como dispersante. La suspensión se muele con arena para reducir el tamaño de partícula del dióxido de titanio a un intervalo de entre aproximadamente 0,1 micrómetros y aproximadamente 1,0 micrómetros (por ejemplo, de modo que aproximadamente el 90 % de las partículas sean menores de 0,63 micrómetros). A continuación, la suspensión molida se calienta hasta aproximadamente 75 °C, se trata con ácido concentrado, se deja que se digiera y posteriormente se trata con una sustancia cáustica para formar sitios hidroxilo sobre las superficies de las partículas de pigmento. A continuación, se lava el pigmento para eliminar las sales. A continuación, el pigmento lavado se trata con entre un 0,2 % y un 2,0 % en peso de ésteres de trimetilolpropano, sobre el peso total del pigmento. A continuación, el pigmento tratado con éster de trimetilolpropano se seca y posteriormente se muele al vapor (microniza).

- 10 La composición polimérica divulgada en el presente documento incluye al menos un polímero y el pigmento inorgánico en partículas tratado como se describió anteriormente.

Algunos ejemplos de polímeros a los que puede añadirse el pigmento inorgánico en partículas tratado para formar la composición polimérica que incluye poliolefinas, tales como polietileno (por ejemplo, polietileno de baja densidad) y polipropileno, resinas acrílicas, tales como poli(metacrilato de metilo), resinas de poliéster, tales como poli(tereftalato de etileno), resinas de poliamida, resinas estirénicas, tales como copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno, poli(cloruro de vinilo), resinas de policarbonato y mezclas de las mismas. Por ejemplo, los polímeros pueden seleccionarse del grupo que consiste en poliolefinas, resinas acrílicas, resinas de poliéster, resinas de poliamida, resinas estirénicas, poli(cloruro de vinilo), resinas de policarbonato y mezclas de las mismas. Por ejemplo, los polímeros pueden seleccionarse del grupo que consiste en polietileno, polipropileno, poli(metacrilato de metilo), poli(tereftalato de etileno), resinas de poliamida, copolímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno, poli(cloruro de vinilo), resinas de policarbonato y mezclas de las mismas.

- 25 El pigmento inorgánico en partículas tratado se puede mezclar con el polímero para formar la composición polimérica mediante cualquier método conocido en la técnica. Por ejemplo, se puede añadir el pigmento inorgánico en partículas tratado a una suspensión que contiene el polímero y mezclarlo en su interior.

La cantidad del pigmento inorgánico en partículas tratado incluido en la composición polimérica puede variar en función del tipo de composición polimérica. Por ejemplo, el pigmento inorgánico en partículas tratado se puede incluir en la composición polimérica en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 30 % a aproximadamente el 80 % en peso sobre el peso total de la composición polimérica. Por ejemplo, el pigmento inorgánico en partículas tratado se puede incluir en la composición polimérica en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 45 % a aproximadamente el 65 % en peso sobre el peso total de la composición polimérica.

- 35 Por ejemplo, el pigmento de dióxido de titanio en partículas tratado se puede mezclar con el polímero en cuestión junto con un dispersante para preparar un concentrado de lote maestro polimérico que contiene dióxido de titanio al 75 % en peso. El proceso de mezclado se puede llevar a cabo, por ejemplo, mediante la masticación de la mezcla en el recipiente mezclador de un Plasticorder™ modelo PL-2000 comercializado por C.W. Brabender Instruments, Inc., a 100 °C y una velocidad de mezclado de 100 rpm.

40 El tratamiento de un pigmento inorgánico con un éster de trimetilolpropano como se divulga en el presente documento mejora significativamente la densidad aparente del pigmento, lo que mejora las propiedades de flujo, la procesabilidad y la dispersabilidad del pigmento, especialmente en composiciones poliméricas. Los ésteres de trimetilolpropano utilizados en el presente documento son muy estables y tienen baja volatilidad y buenas propiedades biodegradables y de ecotoxicidad.

La naturaleza hidrófoba del pigmento tratado lo hace muy adecuado para su uso en composiciones poliméricas. Por ejemplo, la composición polimérica divulgada en el presente documento tiene un contenido reducido de granos. Debido al éster de trimetilolpropano, el pigmento inorgánico en partículas tratado se puede dispersar en composiciones base que incluyen composiciones poliméricas utilizando menos tiempo y energía que los pigmentos inorgánicos en partículas utilizados hasta ahora.

Los siguientes ejemplos ilustran aspectos específicos coherentes con la presente divulgación, pero no limitan el alcance de la divulgación ni de las reivindicaciones adjuntas. Las concentraciones y los porcentajes son en peso a menos que se indique lo contrario.

Ejemplo 1

60 El pigmento de dióxido de titanio en partículas formado mediante el proceso de cloruro y que contiene un 0,8 % de alúmina en su red cristalina se dispersó en agua en presencia del 0,1 % en peso, sobre el peso del pigmento, de hexametafosfato de sodio (un dispersante) y una cantidad de hidróxido de sodio suficiente para ajustar el pH de la solución acuosa a un valor mínimo de 9,5. Se utilizó una cantidad de dióxido de titanio suficiente para formar una suspensión acuosa con un contenido de sólidos del 35 % en peso. A continuación, la suspensión de dióxido de titanio se sometió a molienda con arena (utilizando una proporción de peso de arena de circón a pigmento de 4:1) hasta que el 90 % de las partículas de pigmento fueron más pequeñas que 0,63 micrómetros, según lo determinado utilizando un analizador del tamaño de partícula Microtrac™ X100.

A continuación, la suspensión se calentó hasta 75 °C, se acidificó hasta un pH de 2,0 utilizando ácido sulfúrico concentrado y se dejó digerir a 75 °C durante 30 minutos. A continuación, el pH de la suspensión se ajustó a 6,5 utilizando una solución acuosa de hidróxido de sodio al 20 % en peso y la suspensión se digirió durante 30 minutos a 75 °C. Finalmente, el pH de la suspensión se reajustó a 6,5, según fue necesario, y la dispersión se filtró mientras estaba caliente. El filtrado resultante se lavó con agua, que había sido precalentado hasta 60 °C, en una cantidad igual al peso del pigmento recuperado.

A continuación, se añadió a la torta de filtración lavada un éster de poliol, en concreto, un éster de trimetilolpropano con 12 átomos de carbono ("TMP-C12") en una cantidad del 0,6 % en peso sobre el peso del dióxido de titanio. El pigmento resultante se secó en una estufa a 110 °C durante la noche y el pigmento seco se trituró para obtener polvo de pigmento seco.

Luego, el pigmento seco se micronizó con vapor, utilizando una proporción en peso de vapor a pigmento de 1:4, con una presión del inyector de vapor establecida a 1006,63 kPa (146 psi) y una presión del anillo micronizador establecida a 813,58 kPa (118 psi). La muestra de pigmento tratada resultante se evaluó en concentrados de dióxido de titanio/polietileno, de acuerdo con el siguiente procedimiento.

En primer lugar, se mezclaron 109,5 gramos del pigmento con 36,5 gramos de polietileno de baja densidad fabricado por Dow Chemical Co. (Dow™ 4012) y un 0,05 % en peso, sobre el peso del polietileno, de una mezcla 80/20 de tris(2,4-di-terc-butilfenil)fosfito y octadecil-3-(3,5-di-terc-butil-4-hidroxifenil)propionato, para preparar un concentrado de polietileno que contiene dióxido de titanio al 75 % en peso, mediante la masticación de la mezcla en el recipiente mezclador de un Plasticorder™ modelo PL-2000 comercializado por C.W. Brabender Instruments, Inc., a 100 °C y una velocidad de mezclado de 100 rpm.

A continuación, se registraron los valores instantáneos del momento de torsión y de la temperatura durante un período de nueve minutos para garantizar que se alcanzaran las condiciones de mezclado en equilibrio. Los valores del momento de torsión de equilibrio se determinaron promediando los valores del momento de torsión instantáneo medidos durante un período de dos minutos después de que se alcanzaron las condiciones de mezclado en equilibrio.

El concentrado de polímero resultante se enfrió y se molió en gránulos. El valor del índice de fluidez se determinó en el concentrado de gránulos resultante utilizando el método ASTM D1238, procedimiento B. La presión máxima de procesamiento del extrusor se determinó extruyendo 100 gramos del concentrado al 70 % a través de un filtro de malla de 500 usando un extrusor de barril de 1,9 cm (0,75 pulgadas), con una proporción de longitud a diámetro 25/1 acoplado al Brabender™ Plasticorder antes mencionado, a una temperatura media de procesamiento de aproximadamente 190 °C y a 75 rpm, mientras se registran los valores de presión del instrumento en el troquel del extrusor.

La cantidad de residuo inorgánico que queda en el filtro de malla 500, notificado como contenido de granos de pigmento en partes por millón sobre el pigmento, se determinó gravimétricamente calentando el filtro posterior a la extrusión en una estufa de mufla a 700 °C durante veinte minutos, enfriando el filtro hasta la temperatura ambiente, y, a continuación, pesando el filtro, comparándolo con su peso antes de su uso.

Se realizaron pruebas de película soplada para determinar lo satisfactoriamente que se había dispersado el dióxido de titanio en la formulación de polietileno de baja densidad (Dow™ 640). El pigmento se procesó en primer lugar para obtener un lote maestro con una carga de dióxido de titanio del 75 % como se describió anteriormente. A continuación, el lote maestro se redujo al 5,5 % en polietileno de baja densidad y se sopló en una película utilizando un extrusor de película soplada Killion™. El extrusor tenía tres zonas, en donde la zona uno se mantuvo a 160 °C, la zona dos se mantuvo a 171 °C y la zona tres se mantuvo a 177 °C, y dos matrices, en donde la matriz uno se mantuvo a 182 °C y la matriz dos se mantuvo a 193 °C a 100 rpm con una velocidad de torre de película de 17,1. Se recogió una muestra de 91,44 cm (3 pies) y se separó en tres películas de 30,48 cm por 30,48 cm (1 pie por 1 pie). Se contaron las puntas de las películas y se notificaron como puntas por pie cuadrado (1 pie cuadrado = 0,0929 metros cuadrados).

Se repitió el mismo procedimiento utilizando dióxido de titanio producido de acuerdo con el procedimiento establecido anteriormente, pero en lugar de utilizar TMP-C12, se utilizó trimetilolpropano sin un éster de ácido graso ("TMP") para formar el ejemplo comparativo 1a, se utilizó polimetilhidrosiloxano ("PHMS") para formar el ejemplo comparativo 1b, y se utilizó laurato de 2-etilhexilo ("2-EHL") para formar el ejemplo comparativo 1c. Los resultados de las pruebas se proporcionan en las tablas 1a y 1b a continuación.

Tabla 1a: Comparación de las características del polvo de pigmento de dióxido de titanio

Muestra de pigmento:	Densidad aparente (kg/l)	Densidad de vertido (kg/l)	Densidad aireada (kg/l)
Ejemplo 1	1,1	0,66	0,63
Ejemplo comparativo 1a	1,1	0,58	0,54
Ejemplo comparativo 1b	0,88	0,32	0,40
Ejemplo comparativo 1c	1,1	0,63	0,61

Tabla 1b: Comportamiento de procesamiento de concentrados de polietileno que contienen dióxido de titanio

<u>Muestra de pigmento:</u>	<u>Índice de fluidez (g/10 minutos a 190 °C)</u>	<u>Momento de torsión en equilibrio (metro-gramos)</u>	<u>Presión máx. del extrusor (kPa)</u>	<u>Contenido en granos de pigmento (ppm)</u>	<u>Puntas por pie cuadrado en la película soplada (1 pie cuadrado = 0,0929 metros cuadrados)</u>
Ejemplo 1	6	1041	3681,8	57	1
Ejemplo comparativo 1a	0	1219	12431,25	328	24
Ejemplo comparativo 1b	0	1209	5198,65	104	22
Ejemplo comparativo 1c	0	1262	7253,28	134	24

Tal como se muestra en los resultados, el concentrado de polímero de polietileno/dióxido de titanio que incorpora dióxido de titanio tratado con un éster de poliol (triéster TMP-C12) presentó propiedades mejoradas en comparación con las muestras comparativas, tal como indica un índice de fluidez más alto, un valor de momento de torsión en equilibrio, una presión máxima del extrusor más baja, un menor contenido de granos y menos puntas en la película soplada.

5 Ejemplo 2

Se preparó una torta de filtración de dióxido de titanio de la manera descrita en el ejemplo 1. A continuación, se añadió un éster de trimetilolpropano de 18 átomos de carbono ("TMP-C18") a la torta de filtración lavada en una cantidad del 0,6 % en peso, sobre el peso del dióxido de titanio en la torta de filtración. El pigmento resultante se secó en una estufa a 110 °C durante la noche y el pigmento seco se trituró para obtener polvo de pigmento seco.

El pigmento seco fue micronizado al vapor, utilizando una proporción en peso de vapor a pigmento de 1:4, con una presión del inyector de vapor establecida a 1006,63 kPa (146 psi) y una presión del anillo micronizador establecida a 813,58 kPa (118 psi).

A continuación, se repitió el mismo procedimiento general utilizando dióxido de titanio producido de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente, pero en lugar de utilizar TMP-C18, se utilizó polimetilhidrosiloxano (PHMS) para formar el ejemplo comparativo 2a.

Las muestras de pigmentos tratados resultantes se evaluaron en concentrados de dióxido de titanio/polietileno, de acuerdo con el mismo procedimiento descrito anteriormente en el ejemplo 1. Los resultados de los ensayos se muestran a continuación.

Tabla 2a: Comparación de las características del polvo de pigmento de dióxido de titanio

<u>Muestra de pigmento:</u>	<u>Densidad aparente (kg/l)</u>	<u>Densidad de vertido (kg/l)</u>	<u>Densidad aireada (kg/l)</u>
Ejemplo 2	1,1	0,54	0,56
Ejemplo comparativo 2a	0,88	0,32	0,40

Tabla 2b: Comportamiento de procesamiento de concentrados de polietileno que contienen dióxido de titanio

<u>Muestra de pigmento:</u>	<u>Índice de fluidez (g/10 minutos: 190 °C)</u>	<u>Momento de torsión en equilibrio (metro-gramos)</u>	<u>Presión máx. del extrusor (kPa)</u>	<u>Contenido en granos de pigmento (ppm)</u>	<u>Puntas por pie cuadrado en la película soplada (1 pie cuadrado = 0,0929 metros cuadrados)</u>
Ejemplo 2	0	1041	3909,33	138	3
Ejemplo comparativo 2a	0	1209	5198,65	104	22

Los resultados demuestran que se pueden obtener resultados mejorados con el pigmento tratado con éster de poliol en ésteres de poliol de diferentes longitudes de cadena. La composición polimérica de polietileno/dióxido de titanio descrita, que comprende un pigmento que tiene un recubrimiento orgánico de tratamiento de superficies que comprende TMP-C18 también presentó propiedades mejoradas en comparación con la muestra comparativa, tal como lo indica una mayor densidad aparente, un valor de momento de torsión en equilibrio, una menor presión máxima del extrusor y menos puntas en la película soplada.

40 Ejemplo 3 (Referencia)

El ejemplo 3 no está cubierto por la materia objeto de las reivindicaciones y se incluye con fines de referencia. Se preparó una torta de filtración de dióxido de titanio de la misma manera descrita en el ejemplo 1 anterior. A continuación, se añadió tetraestearato de pentaeritritol ("éster PETS") a la torta de filtración lavada en una cantidad del 0,6 % en peso, sobre el peso del dióxido de titanio en la torta de filtración. El pigmento resultante se secó en una estufa a 110 °C durante la noche y el pigmento secado se trituro para obtener polvo de pigmento seco.

El pigmento seco fue micronizado al vapor, utilizando una proporción en peso de vapor a pigmento de 1:4, con una presión del inyector de vapor establecida a 1006,63 kPa (146 psi) y una presión del anillo micronizador establecida a 813,58 kPa (118 psi). La muestra de pigmento tratada resultante se evaluó en concentrados de dióxido de titanio/polietileno, de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1 anterior. A continuación, se repitió el mismo procedimiento utilizando dióxido de titanio producido de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1 anterior, pero en lugar de utilizar éster PETS, se utilizó polimetilhidrosiloxano (PHMS) para formar el ejemplo comparativo 3a. Los resultados se muestran en las tablas 3a y 3b a continuación.

Tabla 3a: Comparación de la densidad aparente de muestras de TiO₂

Muestra de pigmento:	Densidad aparente (kg/l)	Densidad de vertido (kg/l)	Densidad aireada (kg/l)
Ejemplo 3	1,1	0,6	0,59
Ejemplo comparativo 3a	0,88	0,32	0,40

Tabla 3b. Comportamiento de procesamiento de concentrados de polietileno que contienen dióxido de titanio

Muestra de pigmento:	Índice de fluidez (g/10 minutos: 90°C)	Momento de torsión en equilibrio (metro-gramos)	Presión máx. del extrusor (kPa)	Contenido en granos de pigmento (ppm)	Puntas por pie cuadrado en la película soplada (1 pie cuadrado = 0,0929 metros cuadrados)
Ejemplo 3	0	1124	15009,89	345	33
Ejemplo comparativo 3a	3	1234	4536,75	80	49

El concentrado de polímero de polietileno/dióxido de titanio, que comprende un pigmento que tiene un recubrimiento orgánico de tratamiento de superficies que comprende éster PETS también presentó mejoras frente a la muestra comparativa, como indicar una mayor densidad aparente, un valor de momento de torsión más bajo y menos puntas en la película soplada.

Ejemplo 4

Se preparó una torta de filtración de dióxido de titanio de la manera descrita en el ejemplo 1. A continuación, se añadió un éster de poliol que incluye un grupo funcional de silicona ("Silube® D2", comercializado por Siltech Corporation) a la torta de filtración lavada en una cantidad del 0,6 % en peso, sobre el peso del dióxido de titanio en la torta de filtración. El pigmento resultante se secó en una estufa a 110 °C durante la noche y el pigmento secado se trituro para obtener polvo de pigmento seco. Luego, el pigmento seco se micronizó con vapor, utilizando una proporción en peso de vapor a pigmento de 1:4, con una presión del inyector de vapor establecida a 1006,63 kPa (146 psi) y una presión del anillo micronizador establecida a 813,58 kPa (118 psi).

A continuación, se repitió el mismo procedimiento general utilizando dióxido de titanio producido de acuerdo con el procedimiento descrito en el ejemplo 1 anterior, pero en lugar de utilizar "Silube® D2", se utilizó polimetilhidrosiloxano (PHMS) para formar el ejemplo comparativo 4a.

Las muestras de pigmentos tratados resultantes se evaluaron en concentrados de dióxido de titanio/polietileno, de acuerdo con el mismo procedimiento descrito anteriormente en el ejemplo 1. Los resultados se muestran en las tablas 4a y 4b a continuación.

Tabla 4a: Comparación de la densidad aparente de muestras de TiO₂

Muestra de pigmento:	Densidad aparente (kg/l)	Densidad de vertido (kg/l)	Densidad aireada (kg/l)
Ejemplo 4	1,2	0,7	0,69
Ejemplo comparativo 4a	0,88	0,32	0,40

Tabla 4b. Comportamiento de procesamiento de concentrados de polietileno que contienen dióxido de titanio

Muestra de pigmento:	Índice de fluidez (g/10 minutos: 190 °C)	Momento de torsión en equilibrio (metro-gramos)	Presión máx. del extrusor (kPa)	Contenido en granos de pigmento (ppm)	Puntas por pie cuadrado en la película soplada (1 pie cuadrado = 0,0929 metros cuadrados)
Ejemplo 4	3	1235	3888,64	61	2

(continuación)

<u>Muestra de pigmento:</u>	<u>Índice de fluidez (g/10 minutos: 190 °C)</u>	<u>Momento de torsión en equilibrio (metro-gramos)</u>	<u>Presión máx. del extrusor (kPa)</u>	<u>Contenido en granos de pigmento (ppm)</u>	<u>Puntas por pie cuadrado en la película soplada (1 pie cuadrado = 0,0929 metros cuadrados)</u>
Ejemplo comparativo 4a	3	1234	4536,75	80	49

Los resultados demuestran que también se pueden obtener resultados mejorados utilizando un pigmento tratado con un éster de poliol que tiene un grupo funcional de silicona (por ejemplo, formado con una silicona modificada con ácido graso). El concentrado de polímero de polietileno/dióxido de titanio, que comprende un pigmento que tiene un recubrimiento orgánico de tratamiento de superficies que comprende un éster de poliol que tiene una silicona ramificada con grupos grasos C8/C10 ("Silube® D2"), también presentó mejoras frente a la muestra comparativa, como indica una mayor densidad aparente, una presión máxima del extrusor más baja, un menor contenido de granos y menos puntas en la película soplada.

Por lo tanto, los pigmentos, las composiciones y los métodos están bien adaptados para lograr los fines y las ventajas mencionados, así como aquellos que le son inherentes. Los ejemplos concretos divulgados anteriormente son solamente ilustrativos. Por tanto, es evidente que los ejemplos ilustrativos concretos divulgados anteriormente pueden alterarse o modificarse. Mientras que los pigmentos, las composiciones y los métodos se describen en términos de "que comprenden", "que contienen", "que tienen" o "que incluyen" diversos componentes o etapas, los pigmentos, las composiciones y los métodos también pueden, en algunos ejemplos, "consistir fundamentalmente en" o "consistir en" los diversos componentes y etapas. Cuando se divulga un intervalo numérico con un límite inferior y un límite superior, se divulga específicamente cualquier número y cualquier intervalo incluido dentro del intervalo. En concreto, debe entenderse que cada intervalo de valores (de la forma "entre aproximadamente a y aproximadamente b", o, de forma equivalente, "entre aproximadamente a y b", o, de forma equivalente, "entre aproximadamente a-b") divulgado en el presente documento establece cada número e intervalo incluido dentro del intervalo más amplio de valores. Además, los términos de las reivindicaciones tienen su significado sencillo y normal a menos que el titular de la patente lo defina explícita y claramente de otro modo.

REIVINDICACIONES

1. Un pigmento inorgánico en partículas tratado, que comprende:

una pluralidad de partículas de pigmento; y
un éster de trimetilolpropano depositado sobre las superficies de dichas partículas de pigmento, en donde dicho éster de trimetilolpropano se puede obtener haciendo reaccionar al menos un ácido graso con trimetilolpropano, seleccionándose dichos ácidos grasos entre ácidos grasos saturados de cadena lineal y ácidos grasos saturados de cadena ramificada, y dicho ácido graso esterifica completamente el trimetilolpropano para formar un éster de trimetilolpropano.

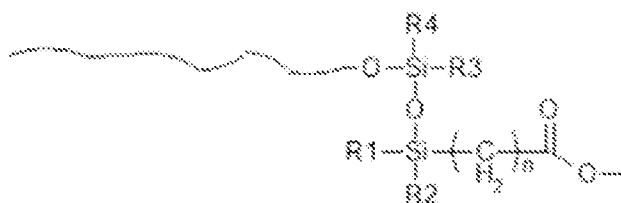
2. El pigmento inorgánico en partículas tratado de la reivindicación 1, en donde dichas partículas de pigmento están formadas por un pigmento seleccionado del grupo que consiste en dióxido de titanio, carbonato básico de plomo blanco, sulfato básico de plomo blanco, silicato básico de plomo blanco, sulfuro de cinc, pigmentos compuestos de sulfuro de cinc y sulfato de bario, óxido de cinc, óxido de antimonio, óxido de hierro, óxido de plomo, óxido de aluminio, dióxido de silicio, óxido de cromo, óxido de circonio, carbonato de calcio, sulfato de calcio, arcilla de porcelana, arcilla de caolín, mica, tierra de diatomeas, sulfuro de cadmio, seleniuro de cadmio, cromato de plomo, cromato de cinc, titanato de níquel y mezclas de los mismos, preferentemente en donde dichas partículas de pigmento están formadas por dióxido de titanio.

3. El pigmento inorgánico en partículas tratado de la reivindicación 1, que comprende además al menos un recubrimiento inorgánico seleccionado del grupo que consiste en recubrimientos de óxidos metálicos, recubrimientos de hidróxidos metálicos y mezclas, depositándose dicho recubrimiento sobre las superficies de dichas partículas de pigmento.

4. El pigmento inorgánico en partículas tratado de la reivindicación 1, en donde dicho ácido graso comprende de 6 a 24 átomos de carbono.

5. El pigmento inorgánico en partículas tratado de la reivindicación 1, en donde dicho ácido graso se selecciona de

(a) el grupo constituido por el ácido trimetilhexanoico, ácido octanoico, ácido decanoico, ácido dodecanoico, ácido mirístico, ácido esteárico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido palmítico, ácido aráquico, ácido behénico, ácido adipico, ácido sebácico, ácido azelaico y mezclas de los mismos, preferentemente en donde dicho ácido graso se selecciona del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico y mezclas de los mismos; o
(b) un ácido graso que ha reaccionado con un compuesto de silicona para formar una silicona modificada con ácido graso, preferentemente en donde dicha silicona modificada con ácido graso tiene la fórmula:



en donde R1, R2, R3 y R4 se seleccionan cada uno entre un resto hidrógeno, un grupo metilo (CH₃) y un grupo alquilo superior, y en donde R1, R2, R3 y R4 pueden ser iguales o diferentes.

6. El pigmento inorgánico en partículas tratado de la reivindicación 1, en donde dicho éster de trimetilolpropano se puede obtener haciendo reaccionar al menos un ácido graso seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, una silicona modificada con ácidos grasos y mezclas de los mismos con trimetilolpropano.

7. El pigmento inorgánico en partículas tratado de la reivindicación 1, en donde el poliéster a base de trimetilolpropano se puede obtener haciendo reaccionar al menos un ácido graso seleccionado del grupo que consiste en ácido esteárico, ácido caprílico, ácido cáprico, ácido láurico, una silicona modificada con ácidos grasos y mezclas de los mismos con trimetilolpropano.

8. El pigmento inorgánico en partículas tratado de la reivindicación 1, en donde dicho éster de trimetilolpropano se selecciona del grupo que consiste en trilaurato de trimetilolpropano, tricocoato de trimetilolpropano, triestearato de trimetilolpropano y mezclas de los mismos.

9. El pigmento inorgánico en partículas tratado de la reivindicación 1, en donde dicho éster de trimetilolpropano se

deposita sobre las superficies de dichas partículas de pigmento en una cantidad en el intervalo de aproximadamente el 0,2 % a aproximadamente el 2,0 % en peso, sobre el peso total de dichas partículas de pigmento.

10. Un método para formar un pigmento inorgánico en partículas tratado, que comprende:

- 5 proporcionar una pluralidad de partículas de pigmento como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3;
proporcionar un éster de trimetilolpropano como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 4 a 9; y
10 depositar dicho éster de trimetilolpropano sobre las superficies de dichas partículas de pigmento.

11. Una composición polimérica, que comprende:

- al menos un polímero; y
un pigmento inorgánico en partículas tratado como se define en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.