



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 303 071**

51 Int. Cl.:

C09C 3/04 (2006.01)

C04B 14/30 (2006.01)

C04B 18/02 (2006.01)

C04B 24/38 (2006.01)

C04B 18/24 (2006.01)

C09C 1/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04730213 .8**

86 Fecha de presentación : **29.04.2004**

87 Número de publicación de la solicitud: **1620512**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **01.02.2006**

54 Título: **Concentrado de pigmento de rápida desintegración.**

30 Prioridad: **30.04.2003 DE 103 19 483**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.08.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.08.2008

73 Titular/es: **Brockhues GmbH & Co. KG.**
Mühlstrasse 118
65396 Walluf, DE

72 Inventor/es: **Nungess, Nikolaus, Wolfgang y**
Vogler, Stefan

74 Agente: **Mir Plaja, Mireia**

ES 2 303 071 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

Concentrado de pigmento de rápida desintegración.

5 La presente invención se refiere a un concentrado de pigmento de rápida desintegración, particularmente para colorear materiales de construcción tales como hormigón, así como pinturas con base de agua y similares. La invención se refiere además a procedimientos para colorear dichos materiales con dichos concentrados de pigmento y la invención se refiere al uso de productos de celulosa especial en dichos concentrados de pigmento.

10 La invención comprende un concentrado de pigmento de rápida desintegración que puede ser usado para colorear materiales de construcción, tales como hormigón, así como para colorear pinturas con base de agua y similares. Particularmente el uso de agentes de desintegración específicos permite una dispersión homogénea del pigmento en el material a colorear en tiempos de mezclado muy cortos y sin pérdida de intensidad del color. Un aspecto adicional de la invención es el mantenimiento de la energía de entrada necesaria para la dispersión homogénea del pigmento en el material tan pequeña como sea posible para permitir usos nuevos y mejorados.

15 El tema o asunto de la invención es el uso de un concentrado de pigmento de rápida desintegración para colorear mortero seco, materiales de construcción con base de cemento tales como hormigón premezclado, tejas y adoquines así como el uso de los concentrados de pigmento para colorear pinturas, acolchado y papel, con la ventaja de que el concentrado de pigmento empieza a desintegrarse inmediatamente en presencia de agua.

La invención se refiere además a productos de relleno dispersables y a productos similares, su uso y el uso de dichos productos de celulosa en dichos productos de relleno.

25 El procesamiento de los pigmentos requiere la dispersión del material de pigmento en bruto, con la transformación en polvo de los agregados y aglomerados en partículas de pigmento que cumplen con los requerimientos para la aplicación en términos de tamaño de partícula, con el fin de conseguir un desarrollo óptimo del color. Esto es cierto para los pigmentos inorgánicos, conocidos desde hace bastante tiempo para colorear materiales de construcción tales como hormigón y similares. Sin embargo, los pigmentos según el significado de la presente invención pueden ser cualquier pigmento orgánico o inorgánico.

30 El tamaño de partícula normal de los pigmentos se encuentra en el intervalo de $0,01 \mu\text{m}$ a $0,9 \mu\text{m}$. En los productos disponibles comercialmente los pigmentos aparecen como conglomerados con un tamaño de aproximadamente 2-10 μm . Normalmente, la fracción que permanece en un tamiz con una malla de $45 \mu\text{m}$ es $< 0,1\%$ o inferior.

35 Los granulados típicos tienen un tamaño de $200 \mu\text{m}$ a $1000 \mu\text{m}$. En el producto coloreado final, las partículas de pigmento deberían estar presentes de nuevo como partículas simples con un tamaño de $0,01 \mu\text{m}$ a $0,9 \mu\text{m}$.

40 Si la coloración debe ser homogénea, el concentrado de pigmento o pigmentos debe ser añadido al material a colorear y debe ser dispersado en el mismo homogéneamente mientras se liberan las partículas de pigmento. Esto es cierto para el coloreado de materiales secos así como para los líquidos. El material solidificado contiene las partículas de pigmento dispersado finamente y de esta manera está coloreado homogéneamente por todas partes.

45 Las características importantes de la coloración que se deben conseguir son la intensidad y la luminosidad del color.

Las propiedades de los concentrados de pigmento se determinan mediante los requerimientos relevantes a las diferentes etapas de procesamiento, desde la formulación del producto pigmento pasando por los productos intermedios hasta el material coloreado sólido; sin embargo, todas ellas están interrelacionadas y se determinan unas a las otras.

50 De esta manera, por una parte, los pigmentos puros serían preferentes, debido a su potencial intensidad de color y luminosidad de la coloración, debido a que el contenido de pigmento no está diluido mediante aditivos. Por otra parte, dichos polvos se comportan pobremente durante el procesamiento, ya que desprende mucho polvo, tienden a adherirse al material de empaquetado, partes de la maquinaria y similares debido al pequeño tamaño de sus partículas, y por lo tanto, son difíciles de cuantificar en el equipo de dosificación, debido a los bloqueos y puentes. Además, la fluidez de los polvos de pigmento puro es insuficiente.

55 Al dispersar los pigmentos en el material a colorear, los polvos pueden causar también problemas considerables, por ejemplo formando grupos de pigmento ("nidos"), que no se rompen durante el proceso de dispersión y que se hacen visibles en la superficie del material coloreado solidificado. Esto no es solo ópticamente desfavorable (bajo desarrollo de la intensidad del color, coloración no homogénea), sino que es también técnicamente desfavorable ya que dichos grupos de pigmento no tienen la estabilidad mecánica requerida y pueden ser fácilmente erosionados o arrastrados, lo que resulta entonces en poros abiertos en la superficie del material y consecuentemente lleva a defectos en la superficie del material terminado.

65 La necesidad de aplicar una alta entrada de energía para conseguir una dispersión homogénea de un concentrado de pigmento no es ventajosa bajo varios aspectos. Por una parte, el uso de dispositivos de mezclado con alto consumo de energía es económicamente desfavorable; por otra parte, los operadores manuales u obras de construcción más pe-

ES 2 303 071 T3

queñas a menudo no disponen de los dispositivos de mezclado intensivo, lo que por lo tanto hace que la incorporación del concentrado de pigmento *in situ* sea difícil o incluso imposible. Una coloración homogénea del material sin la aplicación de alta energía mecánica, por ejemplo, si se usara en mortero seco, facilitaría y aceleraría el procesamiento.

5 Consideraciones similares se aplican a otras partículas sólidas en materiales de construcción tales como rellenos y similares, para hormigón, mortero y cemento. Un ejemplo es el carbonato cálcico, que se usa como relleno para el hormigón. Dichos componentes sólidos, como los pigmentos, deben ser dispersados homogéneamente tan rápidamente como sea posible y tan eficazmente como sea posible durante el mezclado. La invención es adecuada para dichas aplicaciones así como para los pigmentos. La descripción siguiente, que se refiere a los pigmentos, es aplicable a
10 dichos otros componentes sólidos.

Con el fin de evitar polvo, mejorar la cuantificación y las propiedades de fluidez global y para conseguir una impresión de color uniforme cualitativa, es conocido en la técnica anterior el procesamiento de partículas de pigmento y aditivos adecuados, en concentrados de pigmento. Por ejemplo, son conocidos los productos de polvo revestido,
15 productos compactados y granulados por pulverización o por acumulación.

Un concentrado de pigmento según la invención es un material en el que al menos se añade un aditivo (por ejemplo un agente dispersante, agente humectante, agente ligante) a las partículas de pigmento mediante una etapa de procesamiento que forma polvos o agregados aumentados o cuerpos conformados (por ejemplo, un granulado, un pelet, una
20 tableta). En la invención, una forma preferente de concentrado de pigmento es un granulado.

En el contexto de esta descripción, los “granulados” comprenden materiales con un tamaño de grano medio que ha sido incrementado con respecto al de los materiales en bruto, mediante una etapa de procesamiento. Por lo tanto, los “granulados” no comprenden sólo granulados por pulverización y granulados compactados, sino que también, por
25 ejemplo, productos resultantes de un tratamiento de humedad con un curado y una conversión en polvo posterior, y productos obtenidos mediante etapas de procesamientos secas o esencialmente secas, por ejemplo granulados producidos en seco, briquetas y similares con la posterior transformación en polvo. Los productos secos dentro del significado de la presente invención tienen un contenido de humedad residual de hasta aproximadamente el 10% en peso.

En principio, se requieren dos características contrarias para los granulados de pigmento y otros cuerpos conformados, tales como tabletas. El granulado debe ser mecánicamente estable, y simultáneamente, debería mostrar buenas propiedades de dispersión en el medio a colorear. La estabilidad mecánica es responsable de unas buenas características de transporte, tanto para el transporte al usuario como para la buena cuantificación y propiedades de fluidez en el equipo de dosificación *in situ*, debido a un polvo reducido. Esta estabilidad es proporcionada por las fuertes fuerzas
30 adhesivas y depende de, por ejemplo, la naturaleza y la cantidad de agente ligante, y de la presión aplicada para el conformado durante la producción del concentrado. La dispersabilidad está influenciada por la calidad de la molienda previamente a la granulación (molienda en seco y mojado), por la entrada de energía mecánica en la producción (por ejemplo, líneas de fuerza) y por los agentes dispersantes, que reducen las fuerzas adhesivas del granulado seco durante la incorporación al medio. Aquí, el uso de mayores cantidades de agentes dispersantes está limitada por la relación del coste aditivo/pigmento. Además, el contenido incrementado de aditivos resulta en una reducción respectiva de
35 la concentración de pigmento. Debido a esto, el uso de aditivos está también limitado. Dichos aditivos y/o agentes auxiliares no deben modificar desfavorablemente las propiedades del material a colorear. Por ejemplo, en relación al hormigón debe considerarse que la adición de ciertos materiales solubles en agua está regulada, de manera que las propiedades mecánicas del hormigón de cemento (por ejemplo, firmeza, resistencia a la presión) no sean afectadas.
40 Por lo tanto, es difícil predecir, y debe evaluarse cuidadosamente, si los beneficios de un aditivo son más importantes que las (posibles) desventajas.

Varios procedimientos de procesamiento para los granulados de pigmento, tales como granulación por pulverización (secado por pulverización sobre discos o corrientes), granulación por acumulación (mezcladores, granuladores de lecho fluido, platos y/o tambores) o extrusión o procesamiento compactador se han descrito en la técnica anterior.
50

Es conocido, de DE-A1 29 08 202, el uso de preparaciones acuosas de carbono (con un contenido de agua de 30% a 80%) en granulados tipo perla para propósitos de coloreado en la industria del cemento. Estas técnicas no pueden ser usadas para otros pigmentos, y los granulados con dichos contenidos de agua son normalmente desventajosos, también para el uso en materiales de construcción.
55

De DE-A1 29 40 156 es conocido el granulado de pigmentos junto con agentes ligantes mediante granulación por pulverización. Los granulados de pigmento producidos de esta manera son usados para la producción de tinta coloreada, coloración de plásticos, pinturas y similares. No hay referencias a la coloración de materiales de construcción y similares.
60

Los granulados de color que tienen más de un 5% de agua en peso y hasta un 50% de agua en peso son conocidos de EP-A2 0 191 278. Según esta referencia, los granulados con un contenido inferior de agua no son adecuados para materiales de construcción.
65

En DE-A1 36 19 363 se han descrito por primera vez granulados de pigmento adecuados para la coloración de materiales de construcción que comprenden otros pigmentos en vez de carbono. Según esta técnica anterior, los microgranulados elaborados a partir de dichos pigmentos son producidos mezclándolos con agentes ligantes y mediante

ES 2 303 071 T3

el posterior secado por pulverización. Los agentes ligantes en cuestión son esencialmente agentes ligantes orgánicos, tales como por ejemplo sulfonato de lignino. Estos granulados son comercialmente exitosos.

En DE-A1 39 18694, se han sugerido microgranulados sin ningún agente ligante orgánico. En este documento, composiciones inorgánicas, particularmente óxidos y/o hidróxidos y los hidratos correspondientes son usados como agentes ligantes. Dichos productos son a menudo problemáticos en el uso práctico, ya que tienden a dispersarse incompletamente durante la incorporación al hormigón y similares.

EP-A1 0 567 882 describe granulados por pulverización, compactados y por acumulación que tienen agentes ligantes, tales como particularmente aceite mineral, cera, parafina y similares, para el propósito de colorear asfalto. Además de los agentes ligantes, debería ser posible el uso de materiales tales como sulfonato de lignino, molasas, almidón y similares. Según esta descripción, los materiales tales como sulfonato de lignino solos no puede ser usados como agentes ligantes.

De EP-A1 0 657 511 es conocida la producción de granulados de pigmento con lactosa como agente ligante, mediante secado por pulverización, con una humedad residual inferior al 2,5% en peso.

Los procesos de extrusión para la producción de granulados de pigmento son conocidos US 6.562.120 y US 2004 0040469.

Para el uso de polvos revestidos, WO 97/29892 puede ser citada como un ejemplo del estado de la técnica.

Un ejemplo de un concentrado de pigmento similar a la pasta se describe en WO 01/55050. En dichos concentrados las partículas de pigmento están predispersadas, lo cual es generalmente ventajoso. Sin embargo, estos productos son desventajosos en vista de su relativamente alto contenido líquido (agua), lo cual puede causar costos de transporte incrementados, problemas de estabilidad durante el almacenamiento (sedimentación) y a menudo causa susceptibilidad a los procesos de descomposición (afección biológica, formación de moho) así como complicaciones legales en relación al almacenamiento.

Por lo tanto los concentrados según la invención son preferentemente secos.

La combinación de partículas de pigmento, por una parte, con agentes auxiliares, por otra parte, para la producción de concentrados de pigmento se realiza generalmente por medio de procedimientos de mezclado en mojado y/o húmedo, pero pueden desarrollarse también mediante procedimientos de mezclado en seco y si resulta necesario con un procesamiento adicional posterior en diferentes formas de producto. Posteriormente, los productos (en la presente memoria denominados también "concentrados") no están (ya) presentes en forma de polvo mezclado. Las partículas producidas de esta manera que comprenden las partículas de pigmento y al menos un agente auxiliar, no muestran necesariamente un tamaño determinado. Por ejemplo, pueden estar presentes como partículas aumentadas, lo cual es típico para los granulados; pero pueden ser procesadas también mediante procedimientos de transformación en polvo, para conseguir un concentrado de partículas pequeñas. Incluyen, por ejemplo, polvos revestidos y partículas conformadas (por ejemplo, granulados), más o menos conformados mediante presión o, si resulta necesario, compactados, por ejemplo, copos o similares (incluyendo briquetas y otros cuerpos compactados bastante grandes). En los concentrados más exitosos técnicamente en la actualidad, son granulados homogéneos, particularmente granulados por pulverización.

El uso de procesos de mezclado en mojado o húmedo para la producción de concentrados de pigmento, puede afectar a la usabilidad del producto.

Por una parte, el sistema de componentes para la producción del concentrado debe poder mezclarse bien. Esto inhibe algunas veces la utilización de agentes auxiliares, que podrían de otra manera ser útiles en etapas de procesamiento posteriores, por ejemplo, en combinación con los materiales a colorear. Por ejemplo, si debe producirse una mezcla líquida para granulación por pulverización, la adición del agente auxiliar deseado a añadir al concentrado requerido no debe incrementar excesivamente la viscosidad de la mezcla, ya que sino se impide el proceso de mezclado y pulverización y el concentrado no puede ser producido con las propiedades requeridas.

Además, la densidad específica del concentrado así como la relativa facilidad para el agua u otros líquidos para penetrar las partículas del concentrado (gránulos), influyen decisivamente en la dispersabilidad.

Hasta la fecha, los granulados por pulverización proporcionan las mejores combinaciones de propiedades para cumplir con todos los requerimientos. Los productos comerciales, tales como, por ejemplo, los productos GRANUFIN® del presente solicitante contienen, además de pigmentos inorgánicos (por ejemplo, pigmentos de óxido de hierro rojo, negro o amarillo), agentes dispersantes y otros agentes auxiliares que estimulan la completa desintegración de los gránulos en el material líquido a colorear (por ejemplo, hormigón líquido). Estos granulados crean poco polvo y son resistentes a la rotura. Pueden ser producidos fácilmente mediante secado por pulverización y pueden ser cuantificados gravimétrica o volumétricamente sin creación de polvo, por ejemplo, usando dispositivos cuantificadores automáticos. Pueden ser incorporados fácilmente en el material a colorear, donde se desintegran rápidamente. Dichos productos crean un coloreado homogéneo por todas partes, proporcionando alta intensidad de color y alta luminosidad.

ES 2 303 071 T3

Estos granulados por pulverización conocidos son adecuados no sólo para hormigón y materiales de construcción similares sino también para pinturas, recubrimientos con base de agua así como para otros materiales a colorear homogéneamente por todas partes.

5 Una característica importante de los concentrados de pigmento es la velocidad con la que sus partículas se desintegran en contacto con el agua (particularmente cuando se colorea un material), de manera que las partículas de pigmento pueden ser dispersadas. En el coloreado de los materiales de construcción, tales como hormigón, así como en pinturas, hay una fuerte demanda para reducir más el tiempo de mezclado necesario para una coloración homogénea, ya que esto reduce los costos. Tiempos de mezclado cortos para conseguir una coloración homogénea así como una reducción de la entrada de energía mecánica durante el proceso de mezclado, permitirían una aplicación mejorada del concentrado, por ejemplo, en mortero seco u hormigón premezclado, por ejemplo, para operadores manuales y en obras de construcción pequeñas, donde la coloración homogénea debe conseguirse mediante el mezclado manual con agua con una pala, un mezclador manual o en un mezclador rotativo basculante simple.

15 Los dispositivos de mezclado con baja entrada de energía y tiempos de mezclado cortos son usados también para la producción de adoquines, tejas y similares, de manera que también para dichas aplicaciones de concentrados de pigmentos existen requerimientos exigentes en relación a unas buenas propiedades de dispersión.

20 Durante un largo tiempo, ha existido una fuerte demanda de concentrados de pigmento, cuyas partículas, cuando se usan adecuadamente, se desintegran lo más rápidamente posible cuando contactan el material a colorear, preferentemente desintegrándose inmediatamente y de manera que las partículas de pigmento a dispersar sean esencialmente liberadas.

25 Se ha demostrado que el estado de la técnica puede ser mejorado. El uso de concentrados de pigmento según la invención permite un coloreado homogéneo del material de construcción con tiempos de mezclado muy cortos y sin la aplicación de una alta entrada de energía para conseguir la dispersión. El uso de agentes de desintegración orgánicos es particularmente ventajoso.

30 A pesar del hecho de que previamente, por ejemplo en DE 197 31 698 se ha sugerido añadir, entre otras cosas, agentes desintegrantes a los gránulos compactados, esta sugerencia no ha sido exitosa, ya que hasta la fecha no hay ningún producto disponible que contenga dichos agentes.

35 Esto está causado probablemente por el hecho de que los agentes desintegrantes conocidos han sido desarrollados para el uso en aplicaciones farmacéuticas, particularmente para la desintegración rápida de tabletas. Un agente auxiliar que puede ser usado sin problemas en condiciones fisiológicas no es necesariamente adecuado en condiciones completamente diferentes, por ejemplo, para la producción y aplicación de granulados por pulverización.

40 Por ejemplo, DE 197 31 698 describe particularmente polímeros fuertemente hidrofílicos con una capacidad de absorción de agua correspondientemente grande como agente de desintegración, tales como derivados de celulosa, dextranos y pirrolidona de polivinilo reticulado (cPVP).

45 La mayoría de los derivados de celulosa fuertemente hidrofílicos son derivados solubles en agua con sustituyentes hidrofílicos adicionales, conocidos, por ejemplo, como pegamentos, agentes espesantes y similares. A pesar de que el efecto desintegrador de dichos derivados de celulosa es considerable, ocurren otros problemas en su uso, debidos particularmente a que incrementan la viscosidad de la mezcla de pigmento líquido previamente al secado por pulverización hasta el punto de que se impide el secado por pulverización. Cuando se usan con hormigón, los derivados de celulosa solubles en agua pueden llevar a un empañado incrementado, lo cual es, por supuesto, extremadamente indeseado. Además, incrementan la cantidad (sólo aceptable de manera muy limitada) de los componentes solubles en agua y afectan también a las propiedades de fijación de los productos coloreados correspondientes.

50 Los dextranos forman granulados muy fuertes; en vez de un efecto desintegrador, el aditivo causa lo opuesto, es decir, una deceleración apreciable en la desintegración del granulado, causado por una adherencia demasiado fuerte. Además, los granulados producidos con dextranos muestran un cambio de color más o menos marcado (cambio en el azul) causado por una desintegración insuficiente.

55 La aplicación de PVP reticulado como agente desintegrante en granulados compactados y por pulverización es también menos favorable.

60 Problemas similares resultan de la mayoría de los otros agentes desintegrantes conocidos en la técnica anterior.

65 En base a esto, el objeto de la invención es dar a conocer concentrados de pigmento según la reivindicación 1, permitiendo una dispersión más rápida que los concentrados conocidos, mientras que retienen al menos esencialmente las ventajas de dichos concentrados. Otro objeto de la invención es dar a conocer dichos concentrados de pigmento según la reivindicación 1 que se desintegran suficientemente durante su uso previsto, necesitando sólo una pequeña entrada de energía mecánica.

ES 2 303 071 T3

Otro objeto de la presente invención es sugerir procedimientos de coloración respectivos para los materiales, que eran coloreados anteriormente según la técnica anterior, usando el tipo de concentrados de pigmento indicados en la presente memoria.

5 Un objeto adicional de la invención es proporcionar un concentrado de pigmento mejorado para la coloración de materiales de construcción tales como por ejemplo mortero seco, hormigón premezclado y adoquines así como para papeles y materiales orgánicos, tales como el acolchado, donde el mezclado homogéneo sin la aplicación de una alta entrada de energía es ventajoso.

10 Finalmente, pero no menos importante, un objeto de la invención es el uso de ciertas celulosas como agentes desintegrantes en concentrados según la invención.

Las combinaciones de las características definidas en las reivindicaciones independientes sirven para lograr estos objetos.

15 Las formas de realización ventajosas de la invención se definen en las reivindicaciones dependientes.

Un aspecto principal de la invención es el uso de productos de celulosa especial para acelerar y facilitar la dispersión de las partículas de pigmento que son liberadas por la desintegración de un concentrado de pigmento, especialmente un concentrado de pigmento granulado. Una importante función de estos agentes de desintegración es acelerar la desintegración de las partículas del concentrado de pigmento cuando contacta con agua durante la coloración de un material a colorear.

20 En la presente memoria, el uso de productos de celulosa no lleva a ningún problema en absoluto, incluso cuando (como en una granulación por pulverización) efectos relativamente pequeños en la viscosidad de la mezcla, que es procesada en el concentrado, pueden causar problemas considerables.

Los agentes de desintegración según la invención pueden ser usados sin ningún problema, ya que exhiben (en contraste, por ejemplo, con los dextranos) una adherencia reducida y por lo tanto permiten más fácilmente la dispersión.

30 Sorpresivamente, la adición de los agentes de desintegración según la invención no lleva a una reducción de la intensidad y luminosidad del color en el producto coloreado.

Las propiedades ventajosas de los concentrados de pigmento de la invención en comparación con la técnica anterior se hacen evidentes en los procedimientos de ensayo, en los que el desarrollo de la intensidad del color de los concentrados de pigmento según la invención es comparado con los concentrados de pigmento sin los agentes de desintegración y con los concentrados de pigmento conocidos en la técnica anterior. Estos concentrados de pigmento son ensayados en mezclas de hormigón, que tienen una relación agua/cemento adecuada, por ejemplo para aplicaciones de adoquines u hormigones premezclados. Tras la adición del concentrado de pigmento, se toma una muestra de la mezcla cada 15 segundos y se mide la intensidad del color de las muestras tras el curado. Una descripción detallada del procedimiento de ensayo se proporciona en los ejemplos de las formas de realización.

Los ensayos muestran que los concentrados de pigmento según la invención desarrollan intensidades de color más altas apenas después de un contacto muy corto con agua, en comparación con los concentrados de pigmento sin el agente de desintegración de la invención y los de la técnica anterior.

Además, la intensidad del color de los concentrados de pigmento según la invención en el máximo tiempo de mezclado ensayado, es superior que la intensidad del color del concentrado de pigmento sin el agente de desintegración de la invención y los de la técnica anterior.

50 En las relaciones agua/cemento típicas de las aplicaciones de hormigón premezclado, la diferencia en relación a la técnica anterior es especialmente distintiva.

Es particularmente sorpresivo que el uso de determinadas celulosas según la invención resulte en una desintegración mucho más rápida del concentrado cuando contacta con el agua, en comparación con el uso de otros agentes desintegrantes. La invención permite una desintegración fuertemente acelerada de las partículas del concentrado (incluso sin ninguna agitación mecánica). Los granulados según la invención, producidos mediante procedimientos de procesamiento conocidos, se desintegran en menos de 1 minuto, la mayoría de las veces en menos de 30 segundos. Incluso sin ninguna agitación mecánica, la estructura de partículas original del granulado ya no es apreciable, o al menos es destruida mayormente.

La diferencia con la técnica anterior es particularmente obvia en relación a este aspecto de la invención, cuando, por una parte, un granulado según la invención y, por otra parte, un granulado comparable según la técnica anterior, pero sin el componente de celulosa según la invención, son combinados cada uno de ellos con una cantidad suficiente de agua (en exceso). Esto puede observarse particularmente bien bajo un microscopio, cuando el agua es añadida gota a gota a una muestra seca bajo el microscopio en una cantidad tal que la muestra no puede absorber más agua. Por otra parte, esto puede observarse también macroscópicamente cuando, por ejemplo, se vierte una cantidad excesiva de agua sobre el concentrado seco provisto en un vaso de precipitación o el concentrado es vertido al exceso de agua.

ES 2 303 071 T3

En todos los casos mencionados, puede observarse como (sin ninguna operación mecánica) las estructuras principales del concentrado granulado se desintegran prácticamente de manera inmediata, cuando se usan los concentrados según la invención, de manera que después de 30 segundos, o incluso tiempos de contacto inferiores a 15 segundos, a menudo incluso antes de 5 segundos de contacto con agua (suficiente), ya no se observan gránulos no modificados.

5 Con los productos según la técnica anterior, este proceso de desintegración requiere mucho más tiempo. Incluso para productos muy buenos, todavía se pueden observar gránulos no desintegrados después de varios minutos. Granufin® del presente solicitante (sin ningún aditivo desintegrante) puede servir como estándar de referencia.

10 Para una determinación más precisa del grado de desintegración de los granulados de pigmento según la invención, se desarrollaron dos ensayos de tamizado.

15 Se mide la estabilidad de la desintegración de los granulados de pigmento seleccionados mediante la determinación del peso de los granulados en un tamiz antes y después del contacto con el agua. Durante la introducción del tamiz en el agua, la entrada de energía mecánica es reducida a un mínimo. Una descripción exhaustiva del ensayo para el grado de desintegración se proporciona en los ejemplos de las formas de realización.

Se usan dos procedimientos diferentes para los ensayos:

20 Procedimiento A

Sumergir el tamiz una vez durante 10 segundos en un recipiente de agua

25 Una cantidad definida de los granulados de pigmento del tamaño seleccionado es distribuida homogéneamente en el tamiz hasta que se consigue una distribución de una única capa. El fondo del tamiz es sumergido muy cuidadosamente a 3 cm de profundidad en un recipiente de agua, sin destruir la distribución de una única capa y mientras se mantiene la entrada de energía mecánica en un mínimo. Después de 10 segundos de contacto con el agua el tamiz es extraído cuidadosamente del agua y el material que permanece sobre el tamiz es secado. Se mide el peso del material que permanece en el tamiz.

30 Usando el ensayo de tamizado según el procedimiento A, para los granulados de pigmento según la invención, hasta un 75%, preferentemente hasta un 60%, más preferentemente hasta un 50%, 40%, particularmente preferentemente hasta un 21% y más preferentemente un máximo de sólo el 16% del peso original del granulado de pigmento permanece en el tamiz. Usando los granulados de pigmento sin el agente de desintegración según la invención y/o los granulados conocidos de la técnica anterior más del 80%, normalmente entre el 90% y el 100% del granulado original permanece sobre el tamiz.

40 Procedimiento B

El tamiz es sumergido 10 veces en un recipiente de agua y es extraído de nuevo. El tiempo total de contacto con el agua es de 30 segundos

45 Una cantidad definida de granulado de pigmento del tamaño seleccionado es distribuida homogéneamente en el tamiz hasta que se consigue una distribución de una única capa. El fondo del tamiz se sumerge cuidadosamente a 3 cm de profundidad en un recipiente de agua y se extrae del agua de nuevo en la misma etapa, sin destruir la distribución de una única capa y manteniendo la entrada de energía mecánica en un mínimo. El procedimiento se realiza 10 veces. El tiempo de contacto con el agua suma hasta 30 segundos en total. El tamiz y el material que permanece son secados en un horno y se determina el peso del residuo.

50 Los resultados del ensayo de tamizado según el procedimiento B muestran que usando los diferentes granulados de pigmento según la invención, hasta el 65%, preferentemente hasta el 50%, más preferentemente hasta el 40%, 30%, particularmente preferentemente hasta el 20% y más preferentemente un máximo de sólo el 2% del peso original del granulado de pigmento permanece en el tamiz. Usando los granulados de pigmento sin el agente de desintegración según la invención, y también los de la técnica anterior, generalmente entre el 74% y el 99% y sólo en casos especiales tan solo el 65%, del material granulado original permanece sobre el tamiz.

60 Los ensayos de tamizado según el procedimiento A así como según el procedimiento B muestran que para los granulados de pigmento según la invención, una menor cantidad de material granulado original permanece sobre el tamiz tras el contacto con el agua, en comparación con los granulados de pigmento sin el agente de desintegración según la invención o los granulados conocidos en la técnica anterior y se consigue un mayor grado de desintegración.

65 Es particularmente sorprendente que ya se consiguen estos altos grados de desintegración sin ninguna entrada de energía mecánica mediante un mezclador o un agitador.

Cuando se usan dextranos como agentes de desintegración, tal como se sugiere en la técnica anterior, no hay desintegración en absoluto del granulado principal bajo las condiciones experimentales descritas.

ES 2 303 071 T3

Usando los espesantes de celulosa conocidos, que por ejemplo pueden ser adquiridos en Clariant, como agentes de desintegración, se consigue una desintegración relativamente rápida, pero en general, se observa una intensidad del color insuficientemente fuerte y una considerable reducción de la dispersión en el material a colorear. Además, dichos concentrados pueden ser secados por pulverización sólo pobremente o no pueden serlo en absoluto, debido a la alta viscosidad de la mezcla de pulverización.

Un aspecto preferente de la invención es el uso de agentes de desintegración que resulta en el efecto de desintegración deseado, sin influenciar la intensidad del color y sin causar el deterioro de las propiedades del material a colorear.

Las formas de realización preferentes de la invención emplean celulosas “técnicas”, que no son derivadas.

Dichas celulosas están disponibles comercialmente, por ejemplo, como “Arbocell”[®] en la empresa J. Rettenmaier & Söhne GmbH.

Típicamente, dichas celulosas comprenden fibras de celulosa natural producidas a partir de madera.

En las formas de realización preferentes estos productos de celulosa tienen propiedades típicas, tales como un peso entre 220 g/l y 270 g/l con un contenido de humedad máximo del 10%. Los tamaños de las partículas (longitudes de fibra) del producto de celulosa de aproximadamente 10 μm a 2000 μm son generalmente adecuadas, mientras que los tamaños de partículas de 10 μm a 500 μm , particularmente preferentemente de 10 μm a 200 μm han demostrado ser muy ventajosos. Es particularmente ventajoso si el tamaño de partícula medio se encuentra en el intervalo inferior de esta distribución, es decir, por ejemplo de aproximadamente 20 μm a 50 μm , especialmente de 20 μm a 35 μm .

Los productos de celulosa particularmente adecuados son prácticamente insolubles en agua a 20°C.

Es preferente que la estructura de los productos de celulosa sea tan amorfa como sea posible. Un ejemplo de dicha celulosa es el producto Arbocell indicado anteriormente, que tiene un contenido de partículas cristalinas de aproximadamente el 50%.

Dichas celulosas son particularmente preferentes, si se hinchan prácticamente completamente en agua en 30 segundos o incluso menos, particularmente, por ejemplo, en 5 segundos y de esta manera consiguen el correspondiente aumento de volumen. Particularmente, dichas celulosas parcialmente amorfas muestran dichos tiempos de hinchado cortos.

La parte cristalina puede alcanzar el 50% o incluso exceder esta cantidad. Sin embargo, para muchas aplicaciones las celulosas con menos de un 50% de partes cristalinas son más adecuadas.

Las formas de realización preferentes pueden contener celulosa esférica. También es adecuada la celulosa esférica pura, no mezclada con otros agentes de desintegración.

Los agentes de desintegración pueden ser usados en cantidades adecuadas para los granulados de pigmento inorgánico, tal como se conoce en la técnica anterior (por ejemplo de DE 197 31 698 ó DE 100 02 559), y sorprendentemente, sin afectar a la intensidad del color. Las concentraciones típicas de dicha celulosa en el producto final, en referencia a un material sólido, se encuentran en el intervalo de 0,1% a 5% en peso, las cantidades particularmente preferentes están por debajo del 3% en peso, y particularmente entre 0,5% y 2% en peso.

En muchas formas de realización ejemplares los agentes de desintegración según la invención son usados junto con otros componentes, ya que sino el contenido de materia sólida en la solución puede ser demasiado bajo para el secado por pulverización. Entonces, preferentemente se usarán aquellos agentes ligantes que muestren propiedades de mejora de la dispersión, tales como poliacrilato o sulfonato de lignino.

Particularmente adecuados para los granulados compactados o pulverizados, son los concentrados de pigmento que contienen celulosa como agente de desintegración. Un concentrado de pigmento correspondiente muestra un alto grado de desintegración en presencia de agua, en los ensayos de tamizado indicados anteriormente. Los concentrados de pigmento ensayados hasta ahora en forma de granulados compactados o pulverizados, que contenían otros agentes de desintegración diferentes a la celulosa, no mostraron grados de desintegración tan altos como los correspondientes a los productos de celulosa. Sin embargo, es probable que existan agentes de desintegración y combinaciones de agentes de desintegración, que cumplan con los ensayos de tamizado desarrollados, por ejemplo en productos que toman una forma diferente, por ejemplo pelets o tabletas.

Si el contenido de materia sólida en el producto preliminar no tiene una importancia considerable, la celulosa según la invención puede ser usada como el único componente adicional además de las partículas de pigmento, si resulta necesario, y entonces funciona simultáneamente como un agente ligante y un agente desintegrante. Por ello, también, pueden conseguirse contenidos de pigmento que son lo suficientemente altos para muchos propósitos.

Los agentes de desintegración según la invención son adecuados también para el uso en yeso y mortero, particularmente en mortero seco. Los agentes de desintegración pueden ser usados además para colorear adoquines, tejas,

ES 2 303 071 T3

hormigón premezclado así como papel y materiales orgánicos, tales como acolchado, y para recubrimientos de superficies. Los agentes de desintegración según la invención son particularmente adecuados para productos secos que son humedecidos previamente al uso, por ejemplo, mortero seco, especialmente si la humidificación se consigue mediante un mezclado simple con agua. Un ejemplo para la aplicación es el mortero seco para los operadores manuales, trabajadores y artesanos que no tienen acceso a dispositivos de mezclado mecánicos y por lo tanto, por ejemplo, deben realizar el procesamiento manualmente (con cubo y pala), usando un mezclador manual o un mezclador rotativo basculante simple. Dichos productos secos son adecuados para la distribución a través de mercados DIY, almacenes de materiales de construcción y similares.

Otro importante campo de aplicación es la producción de pinturas con base de agua y similares, por ejemplo, pinturas de emulsión y látex y otras pinturas con base de agua.

A continuación, se explica la invención en términos de una forma de realización ejemplar A, con referencia a un procedimiento de coloreado de hormigón y otros materiales de construcción similares. Esta forma de realización ejemplar A es válida también para otros pigmentos, otros procedimientos para la producción del concentrado de pigmento y otras aplicaciones del producto, es decir, el coloreado de otros materiales.

Forma de realización ejemplar A

En la forma de realización ejemplar A, se usan pigmentos de óxido de hierro. De la misma manera, por ejemplo, puede usarse óxido de titanio, óxido de cromo, óxido de cobalto, carbono negro, óxidos de hierro transparentes y otros pigmentos.

Particularmente, el pigmento de óxido de hierro rojo es procesado en la forma de realización ejemplar A ya que este pigmento, comparado con el pigmento de óxido de hierro negro o amarillo, causa problemas más frecuentemente en los productos conocidos, y por lo tanto es el pigmento “más exigente”. Además, en la granulación por pulverización para el pigmento de óxido de hierro rojo se usa la temperatura más alta.

Inicialmente, todo el material, a partir del cual debe formarse el concentrado de pigmento, es procesado en su conjunto en un producto líquido preliminar. Para este fin, los polvos de pigmento, así como (cuando se requiera) el contenido de agentes dispersantes y humectantes aniónicos, no aniónicos y/o catiónicos, agentes ligantes y agentes desintegrantes según la invención son procesados con la adición de agua en un producto preliminar (“suspensión”). Esto puede incluir una etapa de molienda en mojado.

En la forma de realización ejemplar A, la suspensión es pulverizada para formar un granulado, y es secada en una torre de pulverización.

El contenido total de aditivos suma una cantidad inferior al 5% en peso con respecto a la materia sólida. La densidad de la suspensión para la torre de pulverización es superior a 2 g/cm³.

El granulado producido de esta manera tiene un contenido de humedad residual inferior al 1%.

La densidad a granel suma una cantidad de entre 1,2 g/cm³ y 1,3 g/cm³.

El granulado es conformado de manera redondeada homogénea y uniformemente y tiene un ligero brillo. Cuando se añade agua (en exceso) los granulados se disuelven espontáneamente, los gránulos se desintegran totalmente en 1 minuto y sustancialmente en menos de 30 segundos.

La redispersión en hormigón mojado ocurre rápida y completamente.

En el ensayo Vicat, el hormigón muestra valores según el estándar. No ocurrió ningún cambio no preferente en el azul, tal como se observó en el ensayo de referencia, en el que los dextranos y el PVP no reticulado fueron usados como agentes desintegrantes.

El desarrollo de la intensidad del color de los granulados de pigmento según la invención fue comparado con los de los granulados de pigmento sin los agentes de desintegración de la invención y los conocidos en la técnica anterior. Los ensayos se describen en la forma de realización ejemplar B.

Forma de realización ejemplar B

Primero, se describe la producción de granulados de pigmento con y sin los agentes desintegrantes.

Ejemplo 1

3000 kg de óxido de hierro Bayferrox 130 son mezclados con 1320 kg de agua, 35 kg de una solución poliacrilato y 45 kg de Arbocell FT600/30H (empresa Rettenmaier) en un mezclador de alta velocidad durante 10 minutos, para obtener una suspensión con un contenido sólido del 70%.

ES 2 303 071 T3

La suspensión es secada en una torre de pulverización a un granulado con un contenido de humedad de 0,5%. La temperatura de entrada es de aproximadamente 480°C y la temperatura de salida es de aproximadamente 130°C.

5 Ejemplo 2

3000 kg de óxido de hierro rojo Bayferrox 130 son mezclados con 1320 kg de agua y 80 kg de solución poliacrilato en un mezclador de alta velocidad durante 10 minutos para obtener una suspensión con un contenido sólido del 70%.

10 La suspensión es secada en una torre de pulverización a un granulado con un contenido de humedad de 0,6%. La temperatura de entrada es de aproximadamente 490°C y la temperatura de salida es de aproximadamente 130°C.

15 Ejemplo 3

6000 kg de óxido de hierro rojo Ferroxide 212 son mezclados junto con 2600 kg de agua, 75 kg de una solución poliacrilato y 110 kg de Arbocell FT 600/30H (empresa Rettenmaier) en un mezclador de alta velocidad durante 10 minutos, para obtener una suspensión con un contenido sólido del 70%.

20 La suspensión es secada en una torre de pulverización a un granulado con un contenido de humedad de 0,35%. La temperatura de entrada es de aproximadamente 445°C y la temperatura de salida es de aproximadamente 126°C.

25 Ejemplo 4

3000 kg de óxido de hierro rojo Ferroxide 212 son mezclados junto con 1540 kg de agua y 80 kg de una solución poliacrilato en un mezclador de alta velocidad durante 10 minutos, para obtener una suspensión con un contenido sólido de 66%.

30 La suspensión es secada en una torre de pulverización a un granulado con un contenido de humedad de 0,6%. La temperatura de entrada es de aproximadamente 450°C y la temperatura de salida es de 130°C.

35 Ejemplo 5

6000 kg de óxido de hierro negro Ferroxide 77 son mezclados junto con 2100 kg de agua, 60 kg de una solución poliacrilato y 80 kg de Arbocell FT600/30H (empresa Rettenmaier) en un mezclador de alta velocidad durante 10 minutos, para obtener una suspensión con un contenido sólido de 58%.

40 La suspensión es secada en una torre de pulverización a un granulado con un contenido de humedad de 0,66%. La temperatura de entrada es de aproximadamente 400°C y la temperatura de salida es de aproximadamente 130°C.

45 Ejemplo 6

2000 kg de óxido de hierro negro Ferroxide 77 son mezclados junto con 1370 kg de agua y 80 kg de una solución poliacrilato en un mezclador de alta velocidad durante 10 minutos para obtener una suspensión con un contenido sólido de 59%.

50 La suspensión es secada en una torre de pulverización a un granulado con un contenido de humedad de 0,7%. La temperatura de entrada es de aproximadamente 400°C y la temperatura de salida es de aproximadamente 130°C.

55 Los ensayos de coloración con los granulados de pigmento se realizan en dos relaciones agua/cemento relevantes a la aplicación. En el Experimento I, se usa una relación agua/cemento de 0,39, que es típica de aplicaciones de adoquinados. En el Experimento II, la relación agua/cemento es de 0,66, que es típica por ejemplo para aplicaciones de premezclado.

60 Algunos puntos de datos (individuales) para la determinación de la intensidad del color de los ejemplos 1 a 6 no se muestran en las figuras, ya que se cree que están influenciados por el curado o por errores en las medidas. Sin embargo, los datos completos de las medidas se exponen en las tablas correspondientes.

Experimento I

65 *Relación agua/cemento de 0,39*

En los ejemplos, la intensidad del color de los granulados de pigmento según la invención se mide en relación a los granulados de pigmentos sin los agentes de desintegración y los conocidos de la técnica anterior.

ES 2 303 071 T3

1350 g de arena son mezclados con 50 g de agua durante 2 minutos en un mezclador Hobard N50/3-1 a nivel de velocidad 1, para formar una mezcla homogénea. 350 g de cemento blanco (42,5 CEMI) son añadidos a la mezcla y se agita durante 1 minuto. A continuación se añaden un 3% de pigmento rojo o negro, en función del contenido de cemento, y 86,5 g de agua.

5

Se usaron los pigmentos siguientes:

En el ejemplo 1: pigmento rojo Bayferrox[®] 130, un óxido de hierro sintético α -Fe₂O₃ de Bayer AG

10

En el ejemplo 2: pigmento rojo Bayferrox[®] 130, un óxido de hierro sintético α -Fe₂O₃ de Bayer AG

En el ejemplo 3: pigmento rojo Ferroxiide 212, un óxido de hierro Fe₂O₃ de Silo

15

En el ejemplo 4: pigmento rojo Ferroxiide 212, un óxido de hierro Fe₂O₃ de Silo

En el ejemplo 5: pigmento negro Ferroxiide 77, un óxido de hierro Fe₃O₄ de Silo

En el ejemplo 6: pigmento negro Ferroxiide 77, un óxido de hierro Fe₃O₄ de Silo

20

Para la comparación con la técnica anterior, se usaron los siguientes pigmentos:

Pigmento rojo Bayferrox[®] 130 C (pigmento compacto), un óxido de hierro sintético α -Fe₂O₃ de Bayer AG

25

Pigmento rojo Bayferrox[®] 130 G (microgranulado), un óxido de hierro sintético α -Fe₂O₃ de Bayer AG

Pigmento rojo Bayferrox[®] 110 C (pigmento compacto), un óxido de hierro sintético α -Fe₂O₃ de Bayer AG

30

Pigmento rojo Bayferrox[®] 110 G (microgranulado), un óxido de hierro sintético α -Fe₂O₃ de Bayer AG

Pigmento negro Bayferrox[®] 330 G (microgranulado), un óxido de hierro sintético Fe₃O₄ de Bayer AG

Pigmento negro Bayferrox[®] 330 C (microgranulado), un óxido de hierro sintético Fe₃O₄ de Bayer AG

35

Pigmento rojo Ferrispec[™] GC QR 4097, un óxido de hierro Fe₂O₃ de Elementis

Pigmento rojo Ferrispec[™] GC QR 2199, un óxido de hierro Fe₂O₃ de Elementis

40

Pigmento negro Ferrispec[™] GC QR 5799, un óxido de hierro Fe₃O₄ de Elementis

Después de cada 15 segundos de periodo de mezclado, 175 g de la mezcla son compactados en un molde para formar una pieza. Las piezas son curadas a una temperatura de 40°C durante la noche y son medidos para los datos del color.

45

Experimento I

Más adelante se muestran los resultados del experimento I en las figuras 1 a 3, donde la intensidad del color de cada piedra es comparada con la de la piedra con el pigmento según la invención, con el máximo tiempo de mezclado ensayado.

50

En las figuras 1 a 3, se destaca claramente que los granulados de pigmento según la invención, representados por los ejemplos 1, 3 y 5 muestran un desarrollo más rápido de la intensidad del color, especialmente en la fase temprana del mezclado, que los granulados conocidos en la técnica anterior.

55

La comparación de los ejemplos 1, 3 y 5 (con el agente de desintegración de la invención) y los ejemplos 2, 4 y 6 (sin el agente de desintegración de la invención) se muestra en las figuras 4-6.

60

Se muestra claramente en las figuras 4 a 6 que los concentrados de pigmento según la invención (ejemplos 1, 3 y 5) muestran un desarrollo más rápido de la intensidad del color y generalmente una mayor intensidad del color en el tiempo máximo de mezclado ensayado que los que no tienen el agente de desintegración de la invención.

65

El Experimento I muestra que los granulados de pigmento según la invención difieren de los conocidos en la técnica anterior, en el desarrollo de la intensidad del color y en la intensidad del color conseguida en el tiempo máximo de mezclado ensayado.

ES 2 303 071 T3

Los datos completos del experimento I para los ejemplos 1 y 2 así como para la técnica anterior correspondiente se resumen en la Tabla 1.

TABLA 1

Datos completos para los ejemplos 1 y 2 así como para Bayferrox® 130 C, Bayferrox® 130 G y Ferrispec™ GC QR4097

Tiempo de mezclado en segundos	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Bfx 130 C	Bfx 130 G	GC QR 4097
15	66%	44%	51%	29%	26%
30	94%	71%	67%	40%	40%
45	96%	84%	85%	49%	45%
60	94%	91%	91%	55%	51%
75	95%	88%	85%	60%	46%
90	80%	92%	91%	61%	49%
105	100%	93%	98%	59%	60%
120	100%	92%	99%	62%	62%
135	100%	82%	98%	69%	65%
150	100%	97%	100%	70%	71%

Los datos completos del Experimento I para los ejemplos 3 y 4 así como para la técnica anterior correspondiente se resumen en la Tabla 2.

TABLA 2

Datos completos para los ejemplos 3 y 4 así como para Bayferrox® 110 G, Bayferrox® 110 y Ferrispec™ GC QR2199

Tiempo de mezclado en segundos	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Bfx 110 C	Bfx 110 G	GC QR 2199
15	64%	40%	40%	21%	51%
30	76%	63%	64%	31%	78%
45	82%	82%	70%	39%	81%
60	84%	87%	74%	47%	86%
75	87%	88%	76%	54%	92%
90	88%	91%	81%	53%	85%
105	90%	87%	86%	64%	87%
120	89%	91%	88%	60%	94%
135	94%	92%	93%	72%	79%
150	100%	101%	98%	76%	81%

ES 2 303 071 T3

Los datos completos del Experimento I para los ejemplos 5 y 6 así como para la técnica anterior correspondiente se resumen en la Tabla 3.

TABLA 3

Datos completos para los ejemplos 5 y 6 así como para Bayferrox® 330 C, Bayferrox® 330 G y Ferrispec™ GC QX5799

Tiempo de mezclado en segundos	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Bfx 330 G	Bfx 330 C	GC QX5799
15	54%	26%	44%	33%	33%
30	81%	52%	65%	59%	56%
45	88%	61%	79%	73%	63%
60	92%	61%	77%	76%	70%
75	97%	82%	86%	68%	77%
90	94%	87%	91%	64%	78%
105	98%	90%	90%	83%	82%
120	100%	93%	92%	83%	87%

Experimento II

En este experimento, la intensidad del color de los granulados de pigmento según la invención es ensayada en comparación con los que no tienen el agente de desintegración de la invención y los conocidos en la técnica anterior, en una relación agua/cemento de 0,66, que es típica de las premezclas.

350 g de arena de hormigón (500 μm a 2000 μm), 150 g de arena de sílice blanca (<500 μm), 75 g de cemento Portland blanco y 3% (2,25 g) del pigmento, en base al contenido de cemento, son colocados en un recipiente de mezclado (mezclador Hobard N50/3-1) y son mezclados con 50 g de agua durante 30 segundos al nivel de velocidad 1.

Se usaron los pigmentos siguientes:

En el ejemplo 1: pigmento rojo Bayferrox® 130, un óxido de hierro sintético $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ de Bayer AG

En el ejemplo 2: pigmento rojo Bayferrox® 130, un óxido de hierro sintético $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ de Bayer AG

En el ejemplo 3: pigmento rojo Ferroside 212, un óxido de hierro Fe_2O_3 de Silo

En el ejemplo 4: pigmento rojo Ferroside 212, un óxido de hierro Fe_2O_3 de Silo

En el ejemplo 5: pigmento negro Ferroside 77, un óxido de hierro Fe_3O_4 de Silo

En el ejemplo 6: pigmento negro Ferroside 77, un óxido de hierro Fe_3O_4 de Silo

Para la comparación con la técnica anterior, se usaron los siguientes pigmentos:

Pigmento rojo Bayferrox® 130 C (pigmento compacto), un óxido de hierro sintético $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ de Bayer AG

Pigmento rojo Bayferrox® 130 G (microgranulado), un óxido de hierro sintético $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ de Bayer AG

Pigmento rojo Bayferrox® 110 C (pigmento compacto), un óxido de hierro sintético $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ de Bayer AG

Pigmento rojo Bayferrox® 110 G (microgranulado), un óxido de hierro sintético $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ de Bayer AG

Pigmento negro Bayferrox® 330 G (microgranulado), un óxido de hierro sintético Fe_3O_4 de Bayer AG

ES 2 303 071 T3

Pigmento negro Bayferrox[®] 330 C (microgranulado), un óxido de hierro sintético Fe₃O₄ de Bayer AG

Pigmento rojo Ferrispec[™] GC QR 4097, un óxido de hierro Fe₂O₃ de Elementis

5 Pigmento rojo Ferrispec[™] GC QR 2199, un óxido de hierro Fe₂O₃ de Elementis

Pigmento negro Ferrispec[™] GC QR 5799, un óxido de hierro Fe₃O₄ de Elementis

10 Tras cada 15 segundos de periodo de mezclado, 25 g de la mezcla son compactados en un molde para formar una pieza. Las piezas son curadas a temperatura ambiente durante la noche y son medidos para los datos del color.

15 En lo que sigue, los resultados del Experimento I se muestran en las figuras 7 a 9, en las que la intensidad del color de cada piedra es comparada con la de la piedra con el agente de desintegración de la invención con el máximo tiempo de mezclado ensayado.

20 El Experimento II muestra que los granulados de pigmento según la invención muestran un desarrollo más rápido de la intensidad del color que los conocidos en la técnica anterior. Los ejemplos 1, 3 y 5 muestran además, una mayor intensidad del color en el tiempo máximo de mezclado ensayado que los granulados de pigmento conocidos en la técnica anterior.

Los resultados del experimento II (ejemplos 1, 3, y 5) comparados con los ejemplos 2, 4 y 6 (sin el agente de desintegración de la invención) se muestran en las figuras 10 a 12.

25 Los granulados de pigmento con los agentes de desintegración de la invención muestran una mayor intensidad del color ya al inicio del periodo de mezclado, así como una mayor intensidad del color en el tiempo máximo de mezclado ensayado que los que no tienen el agente de desintegración de la invención.

30 Los Experimentos I y II muestran que los granulados de pigmento según la invención proporcionan un desarrollo más rápido de la intensidad del color así como una mayor intensidad del color conseguida en el máximo tiempo de mezclado ensayado, comparado con los que no tienen el agente de desintegración de la invención o los conocidos en la técnica anterior. Estas ventajas de los granulados de pigmento de la invención se observan en las dos relaciones agua/cemento ensayadas.

35 Estas ventajas son particularmente evidentes para la relación agua/cemento de 0,66 que es típica de las premezclas.

Los datos completos del Experimento II para los ejemplos 1 y 2 así como para la técnica anterior correspondiente se resumen en la Tabla 4.

40 TABLA 4

Datos completos para los ejemplos 1 y 2 así como para Bayferrox[®] 130 C, Bayferrox[®] 130 G y Ferrispec[™] GC QR4097

Tiempo de mezclado en segundos	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Bfx 130 C	Bfx 130 G	GC QR4097
15	75%	37%	53%	23%	49%
30	84%	53%	66%	27%	38%
45	90%	59%	71%	31%	40%
55	94%	67%	77%	35%	44%
75	96%	73%	81%	40%	43%
90	98%	78%	83%	41%	45%
60	101%	82%	83%	46%	44%
120	104%	88%	90%	48%	47%
65	102%	86%	91%	49%	51%
150	100%	91%	94%	54%	55%

ES 2 303 071 T3

Los datos completos del Experimento II para los ejemplos 3 y 4 así como para la técnica anterior correspondiente se resumen en la Tabla 5.

TABLA 5

Datos completos para los ejemplos 3 y 4 así como para Bayferrox[®] 110 C, Bayferrox[®] 110 G y Ferrispec[™] GC QR2199

Tiempo de mezclado en segundos	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Bfx 110 C	Bfx 110 G	GC QR2199
15	86%	56%	53%	25%	66%
30	91%	65%	57%	31%	76%
45	92%	71%	61%	35%	75%
60	96%	72%	63%	42%	78%
75	95%	76%	65%	50%	79%
90	96%	80%	66%	55%	83%
105	97%	78%	67%	58%	82%
120	96%	84%	67%	59%	83%
135	97%	84%	71%	62%	86%
150	100%	87%	69%		87%

Los datos completos del Experimento II para los ejemplos 5 y 6 así como para la técnica anterior correspondiente se resumen en la Tabla 6.

TABLA 6

Datos completos para los ejemplos 5 y 6 así como para Bayferrox[®] 330 C, Bayferrox[®] 330 G y Ferrispec[™] GC QX5799

Tiempo de mezclado en segundos	Ejemplo 5	Ejemplo 6	Bfx 330 C	Bfx 330 G	GC QX5799
15	74%	71%	53%	50%	54%
30	82%	74%	60%	59%	59%
45	87%	76%	69%	63%	66%
60	89%	81%	74%	66%	68%
75	93%	92%	79%	69%	76%
90	96%	87%	82%	73%	77%
105	96%	83%	87%	83%	80%
120	99%	83%	89%	83%	84%
135	103%	87%	89%	88%	83%
150	100%	87%	91%	89%	87%

ES 2 303 071 T3

Experimento IIa

Ensayos de compactación

5 El pigmento de óxido de hierro Bayferrox 130 fue compactado ligeramente y a continuación fue procesado en un granulado con un tamaño de grano entre 0 mm y 1 mm. Se ensayaron diferentes mezclas de pigmento de óxido de hierro y agentes de desintegración.

10 Ejemplo A

Bayferrox 130 fue seleccionado como el pigmento de óxido de hierro y 2,5% en peso (en base al pigmento de óxido de hierro) de celulosa nativa (celulosa nativa, Rettenmaier) fue usada como agente de desintegración.

15 Ejemplo B

20 Bayferrox 130 fue usado como el pigmento de óxido de hierro y 2,5% en peso (en base al pigmento de óxido de hierro) de celulosa esférica (celulosa esférica, Microcell 102, Blanver Framoquimicia LTDA) fue usada como agente de desintegración.

Ejemplo C

25 Bayferrox 130 fue usado como el pigmento de óxido de hierro y 2,5% en peso (en base al pigmento de óxido de hierro) de celulosa nativa (celulosa Lattice NT 013, FMC) fue usada como agente de desintegración.

Ejemplo F

30 Se usó solo Bayferrox 130, sin ninguna adición adicional de agente de desintegración. Esta muestra puede tomarse como referencia.

35 Ejemplo G

40 Bayferrox 130 fue usado como el pigmento de óxido de hierro y 2,5% en peso (en base al pigmento de óxido de hierro) de celulosa nativa (celulosa nativa, Rettenmaier) fue usada como agente de desintegración, además se añadió 2,5% en peso de éter de propilenglicol.

45 Los experimentos se realizaron en un "Kompaktor CS 25" con rodillos soportados hidráulicamente. Se instalaron rodillos con un perfil cerrado corrugado de 12 mm ("Wellprofil"). La máxima capacidad de presión fue determinada a partir de la presión hidráulica. Los pedazos resultantes fueron molidos en piezas menores que 1 mm con una moladora "FC 100".

Ejemplo A: La fuerza de compactación específica es de 12 kN/cm, el peso a granel resultante es 1204 g/l.

Ejemplo B: La fuerza de compactación específica es de 12 kN/cm, el peso a granel resultante es 1102 g/l.

50 Ejemplo C: La fuerza de compactación específica es de 12 kN/cm, el peso a granel resultante es 1136 g/l.

Ejemplo F: La fuerza de compactación específica es de 12 kN/cm, el peso a granel resultante es 1232 g/l.

55 Ejemplo G: La fuerza de compactación específica es de 12 kN/cm, el peso a granel resultante es 1198 g/l.

60 Todas las partículas menores de 250 μm fueron separadas mediante un tamizado con una malla de tamizado de 250 μm y fueron condenadas.

Los resultados del desarrollo en la fuerza del color para los ejemplos A, B, C, F y G y un ejemplo de la técnica anterior, Bayferrox[®] 130C, se muestran en la figura 13.

65 La figura 13 muestra que los ejemplos A (celulosa nativa), B (celulosa esférica) y G (celulosa nativa y éter de propilenglicol) muestran un desarrollo más rápido en la intensidad del color que el ejemplo F, sin el agente de desintegración según la invención, y el ejemplo comparativo Bayferrox[®] 130 C. La intensidad del color para los ejemplos A, B, C y G (para el máximo tiempo de mezclado ensayado) es mayor que la intensidad del color del ejemplo F sin el agente de desintegración de la invención, y el ejemplo comparativo Bayferrox[®] 130 C.

ES 2 303 071 T3

Los datos completos del Experimento IIa para los ejemplos A, B, C, F y G así como para el ejemplo comparativo Bayferrox® 130 C se resumen en la Tabla 7.

TABLA 7

Datos completos para los ejemplos A, B, C, F, G y Bayferrox® 130 C.

Tiempo de mezclado en segundos	Ejemplo A	Ejemplo B	Ejemplo C	Ejemplo F	Ejemplo G	Bfx 130C
15	74%	59%	54%	62%	69%	52%
30	81%	68%	65%	68%	80%	58%
45	72%	71%	69%	70%	81%	63%
60	79%	78%	74%	74%	84%	69%
75	87%	79%	76%	70%	87%	73%
90	91%	88%	78%	80%	80%	81%
105	85%	92%	82%	83%	91%	81%
120	98%	93%	90%	84%	95%	83%
135	93%	97%	89%	91%	92%	84%
150	100%	98%	93%	91%	91%	87%

Experimento III

Un parámetro esencial para los granulados de pigmento es su estabilidad de desintegración al contacto con el agua. Para medir la estabilidad de desintegración, se realizaron ensayos de tamizado.

Se realizaron dos ensayos de tamizado a diferentes tiempos de contacto con agua y procedimientos de sumersión.

Procedimiento A: sumergir el tamiz una vez con el granulado de pigmento durante 10 segundos en un recipiente de agua.

Aproximadamente 10 g del granulado de pigmento del tamaño seleccionado (mayor de 200 μm) son distribuidos en el tamiz (tipo Analysette 3 pro, diámetro 21 cm, empresa Fritsch) con una malla de 200 μm de manera que se obtiene una distribución de única capa. El fondo del tamiz es sumergido cuidadosamente a 3 cm de profundidad en un recipiente con agua, sin destruir la distribución homogénea de los granulados de pigmento, para reducir la entrada de energía mecánica a un mínimo. El tamiz se mantiene en el recipiente de agua durante 10 segundos (con el granulado cubierto por el agua) y a continuación es extraído cuidadosamente del agua. El material que permanece en el tamiz es secado en un horno a 100°C y se mide el peso del residuo.

Procedimiento B: El tamiz es sumergido 10 veces en un recipiente con agua y es extraído en la misma etapa. El tiempo de contacto con el agua es de 30 segundos en total.

10 g del granulado de pigmento del tamaño seleccionado (mayor que 200 μm) son distribuidos homogéneamente en un tamiz (tipo Analysette 3 pro, diámetro 21 cm, empresa Fritsch) con una malla de 200 μm de manera que se obtiene una distribución de una única capa. El fondo del tamiz se sumerge con mucho cuidado a una profundidad de 3 cm en un recipiente con agua (de manera que el granulado está cubierto por el agua), sin destruir la distribución homogénea de los granulados de pigmento, para reducir la entrada de energía mecánica a un mínimo, y el tamiz es extraído cuidadosamente del agua en la misma etapa. El tiempo de contacto con el agua es de 30 segundos en total. El material que permanece es secado en un horno a 100°C y se mide el peso del residuo.

Los resultados de los ensayos de tamizado de los ejemplos 1 y 2 y la técnica anterior según el procedimiento A y procedimiento B se muestran en la figura 14.

Los ensayos de tamizado muestran que el ejemplo 1 con el agente de desintegración según la invención, difiere claramente del ejemplo 2 sin el agente de desintegración de la invención y de la técnica anterior. Mientras que según el procedimiento A para el ejemplo 1, el 21% del concentrado de pigmento original permanece en el tamiz, se observa

ES 2 303 071 T3

que entre el 81% y el 100% del granulado original permanece en el tamiz para los ejemplos comparativos respectivos y el ejemplo sin el agente de desintegración según la invención.

5 En los experimentos de desintegración según el procedimiento B para el ejemplo 1, el 7% del concentrado de pigmento original permanece en el tamiz como residuo, mientras que para el ejemplo 2 (sin el agente de desintegración según la invención), el 90%, y para los concentrados de pigmentos conocidos en la técnica anterior entre el 65% y el 99% del granulado permanece en el tamiz.

10 Los resultados de los ensayos de tamizado para los ejemplos 1, 2, 5 y 6 según el procedimiento A y el procedimiento B se muestran en la figura 15.

15 La comparación de los ejemplos 1 y 5 (con el agente de desintegración de la invención) con los ejemplos 2 y 6 (sin el agente de desintegración de la invención) revela una clara influencia del agente de desintegración sobre el grado de desintegración del concentrado de pigmento. Mientras que para el ejemplo 1 según el procedimiento A, el 21% y según el procedimiento B, el 7% del concentrado de pigmento original permanece en el tamiz, el residuo del ejemplo 2 es de hasta el 95% según el procedimiento A, y el 90% según el procedimiento B, respectivamente. Se obtienen resultados similares para los ejemplos 5 y 6. En los ensayos de tamizado según el procedimiento A para el ejemplo 5, un residuo del 16%, y según el procedimiento B, un residuo del 4% permanece en el tamiz, mientras que para el ejemplo 6 (sin el agente de desintegración según la invención), el 90% y el 80% respectivamente del concentrado de pigmento original permanece en el tamiz.

20 Los resultados de los ensayos de tamizado según los procedimientos A y B, con los granulados de los ensayos de compactación IIa, es decir los ejemplos A, B, C, G y F y dos ejemplos comparativos de la técnica anterior que contienen el pigmento Bayferrox® 130 se muestran en la figura 16.

25 Para los Ejemplos A, B, C y G con el agente de desintegración según la invención según el procedimiento A, el 26%, 75%, 67% y 57% respectivamente, y según el procedimiento B, el 2%, 35%, 28% y 18% respectivamente, del granulado original permanece en el tamiz tras el contacto con el agua. Para los granulados sin el agente de desintegración, según el procedimiento A, el 93% y 96%, y según el procedimiento B entre el 82% y el 87% del granulado se encuentra en el tamiz tras el contacto con el agua.

Referencias citadas en la descripción

35 *La lista de referencias citadas por el solicitante se proporciona solamente para conveniencia del lector. Dicha lista no forma parte del documento de patente europea. A pesar de que se ha tenido mucho cuidado durante la recopilación de las referencias, no deben excluirse la posibilidad de que se hayan producido errores u omisiones y a este respecto la OEP se exime de toda responsabilidad.*

40 Documentos de patente citadas en la descripción

- DE 2908202 A1 [0020]
- DE 2940156 A1 [0021]
- 45 • EP 0191278 A2 [0022]
- DE 3619363 A1 [0023]
- 50 • DE 3918694 A1 [0024]
- EP 0567882 A1 [0025]
- EP 0657511 A1 [0026]
- 55 • US 6562120 B [0027]
- US 20040040469 A [0027]
- 60 • WO 9729892 A [0028]
- WO 0155050 A [0029]
- DE 19731698 [0041][0043][0088]
- 65 • DE 10002559 [0088]

ES 2 303 071 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Granulado concentrado de pigmento, especialmente para colorear materiales de construcción basados en cemento, tales como hormigón y para colorear recubrimientos, pinturas y similares, que contiene al menos un pigmento y al menos un aditivo tal como un agente humectante, dispersante o ligante, **caracterizado** por un contenido de al menos un agente desintegrante, que al contactar el granulado concentrado con agua en cantidad suficiente causa una desintegración esencialmente completa de la estructura primaria del granulado concentrado, liberando el pigmento en un minuto, sin ninguna agitación mecánica, en el que el agente desintegrante comprende una celulosa no derivada.
- 10 2. Concentrado de pigmento según la reivindicación 1 que deja, tras una única inmersión en agua según el procedimiento A tal como se ha descrito en el Experimento III, hasta el 75%, preferentemente hasta el 60%, más preferentemente hasta el 50% o incluso el 40%, particularmente preferente hasta el 21% y más preferentemente no más del 16% del peso original del granulado de pigmento restante en el tamiz.
- 15 3. Concentrado de pigmento según las reivindicaciones 1 ó 2, que deja, tras diez inmersiones en agua según el procedimiento B tal como se ha descrito en el Experimento III, hasta el 65%, preferentemente hasta el 50%, más preferentemente hasta el 40% o incluso el 30%, particularmente preferentemente hasta el 20% y más preferentemente no más del 2% del peso original del granulado de pigmento restante en el tamiz.
- 20 4. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que la celulosa comprende celulosa nativa y/o esférica.
- 25 5. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el agente desintegrante comprende fibras de celulosa que tienen un tamaño de partícula (longitudes de fibra) de 10 μm a 2000 μm , particularmente de 10 μm a 500 μm , especialmente de 10 μm a 200 μm , y particularmente preferentemente de 20 μm a 35 μm .
- 30 6. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 5, en el que el agente de desintegración, especialmente celulosa, es sustancialmente no soluble en agua a 20°C.
- 35 7. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, en el que la celulosa es parcialmente amorfa y comprende preferentemente el 70% en peso o menos de material cristalino.
- 40 8. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la celulosa comprende fibras de celulosa natural producidas a partir de madera.
- 45 9. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la celulosa tiene un peso de 220 g/l a 270 g/l con un contenido máximo de humedad de 10%.
- 50 10. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, provisto de un contenido de un agente desintegrante de hasta el 10% en peso, preferentemente hasta el 5% en peso, especialmente hasta el 3% en peso y particularmente preferentemente entre 0,5% y 2% en peso (en base al concentrado seco).
- 55 11. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en forma de un granulado por pulverización, un granulado por acumulación, un granulado por prensado, un granulado por extrusión o un granulado compactado.
- 60 12. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, provisto con un contenido adicional de agente humectante, dispersante y/o ligante como por ejemplo sulfonato de lignino, polialquilenglicol, óxido de propileno/polímeros bloque de óxido de etileno y/o poliacrilato.
- 65 13. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el pigmento incluye al menos un pigmento inorgánico preferentemente un óxido tal como un óxido de hierro, óxido de cobalto, óxido de titanio, óxido de cromo y/o carbono negro y/o un pigmento orgánico.
- 70 14. Concentrado según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, que tiene un contenido de agua inferior al 10% en peso, preferentemente inferior al 5% en peso, más preferentemente inferior al 3% en peso.
- 75 15. Producto dispersable sólido, que contiene un relleno o similar para un material de construcción como el hormigón, mortero y cemento, o para pinturas, recubrimientos con base de agua y similares, **caracterizado** por un contenido de agente de desintegración según al menos una de las reivindicaciones 1 a 14.
- 80 16. Mortero seco que tiene un contenido de un concentrado de pigmento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14.
- 85 17. Procedimiento para colorear hormigón, cemento, mortero, yeso y otros materiales de construcción, en el que el material de construcción es mezclado con un concentrado de pigmento según una de las reivindicaciones 1 a 14 y el pigmento es dispersado mezclándolo en el material de construcción.

ES 2 303 071 T3

18. Procedimiento para colorear pinturas, recubrimientos con base de agua y similares en el que un concentrado de pigmento según una de las reivindicaciones 1 a 14 es dispersado mezclándolo en la base de pintura o recubrimiento líquido.
- 5 19. Uso de un concentrado de pigmento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 en mezclas secas para hormigón premezclado, molduras del mismo, adoquines, mortero, yeso y tejas.
- 10 20. Uso de un concentrado de pigmento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 para colorear acolchado, papel y recubrimientos superficiales así como otros materiales orgánicos.
- 15 21. Uso de un producto de celulosa capaz de exhibir un tiempo de hinchado inferior a 30 segundos, preferentemente inferior a 5 segundos, tras la inmersión en agua (en exceso) esencialmente sin ninguna agitación mecánica durante el hinchamiento, como un agente desintegrante en un concentrado de pigmento o un producto dispersable sólido que comprende un relleno o similar para hormigón, mortero y cemento, o en pinturas, recubrimientos con base de agua y similares, donde la celulosa es no derivada.
- 20 22. Uso según la reivindicación 21, en el que el producto de celulosa comprende una celulosa que es considerablemente no soluble en agua a 20°C.
- 25 23. Uso según las reivindicaciones 21 ó 22, en el que el producto de celulosa comprende celulosa fibrosa al menos parcialmente amorfa.
- 30 24. Uso según la reivindicación 23, en el que el producto de celulosa comprende celulosa no soluble en agua que tiene un contenido de celulosa cristalina de 70% o inferior.
- 35 25. Uso según una de las reivindicaciones 22 a 24 en el que el producto de celulosa tiene un tamaño de partícula (longitud de fibra) de 10 μm a 2000 μm , particularmente de 10 μm a 500 μm , especialmente de 10 μm a 200 μm y particularmente preferentemente de 20 μm a 35 μm .
- 40 26. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 21 a 25, en una cantidad de hasta el 10% en peso, preferentemente de 5% en peso, especialmente de hasta el 3% en peso, y particularmente preferentemente de entre el 0,5% y el 2% en peso (en base al concentrado seco).
- 45 27. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 21 a 26, en un granulado por pulverización, granulado por acumulación, granulado por prensado, granulado por extrusión o un granulado compactado.
- 50
- 55
- 60
- 65

Figura 1

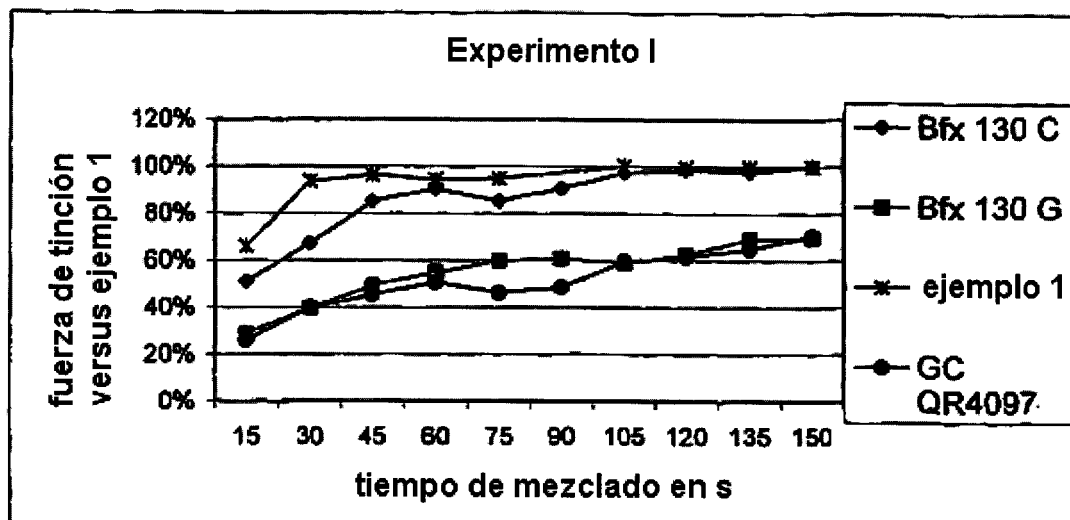


Figura 1: Experimento I con el ejemplo 1, Bayferrox® 130C, Bayferrox® 130 G y Ferrispec™ GC QR4097.

Figura 2

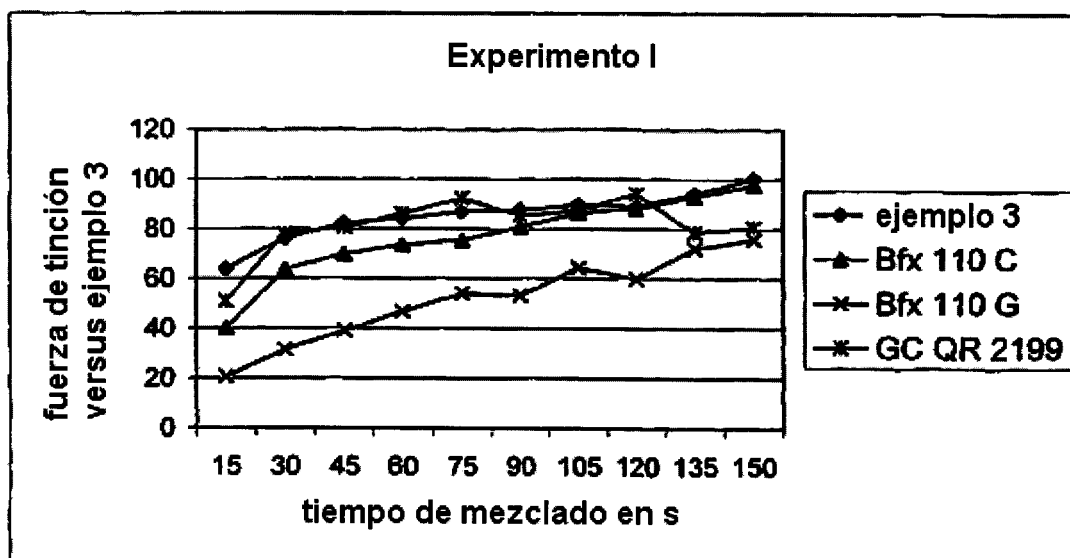


Figura 2: Experimento I con el ejemplo 3, Bayferrox® 110 C, Bayferrox® 110 G y Ferrispec™ GC QR2199.

Figura 3

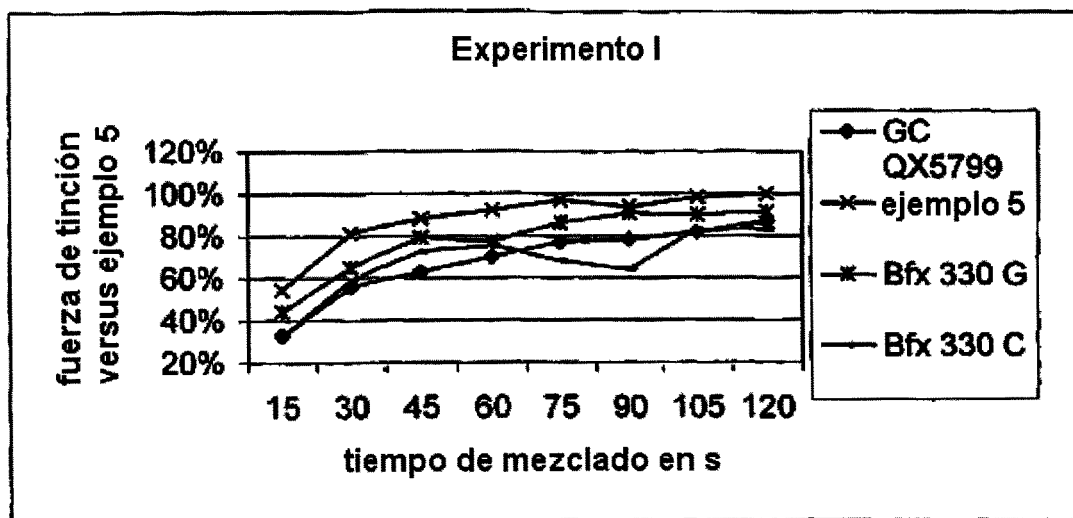


Figura 3: Experimento I con el ejemplo 5, Bayferrox® 330 C, Bayferrox® 330 G y Ferrispec™ GC QX5799.

Figura 4

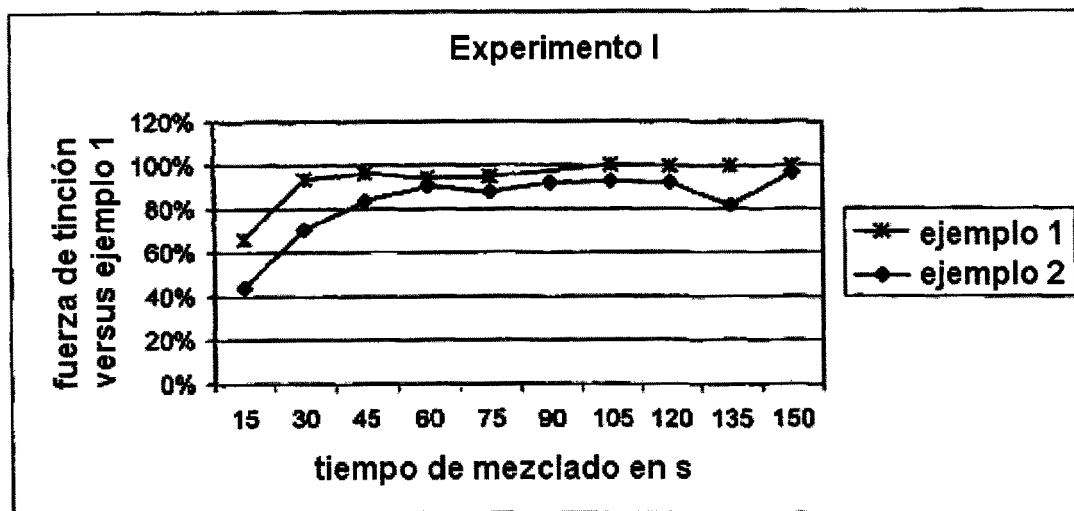


Figura 4: Experimento I con los ejemplos 1 y 2.

Figura 5

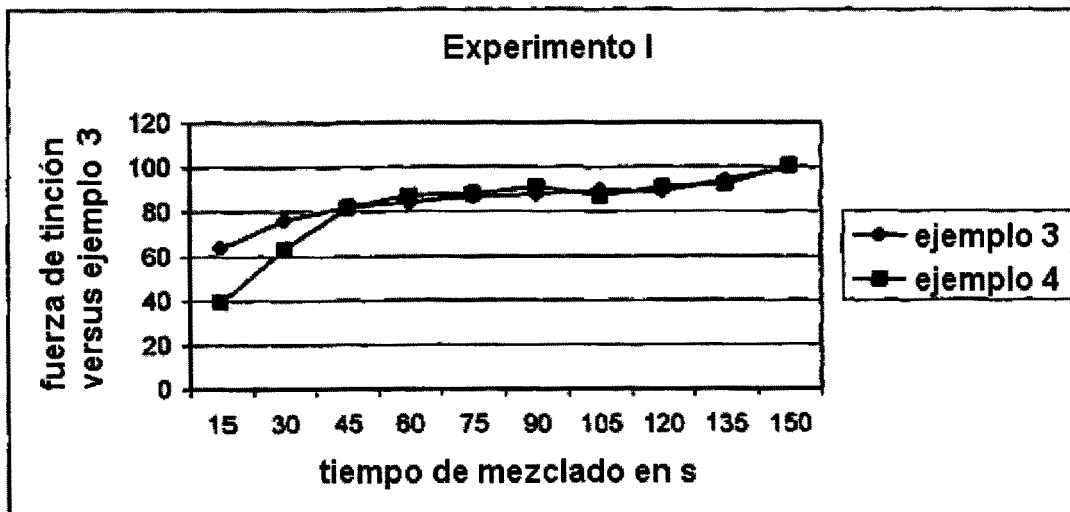


Figura 5: Experimento I con los ejemplos 3 y 4.

Figura 6

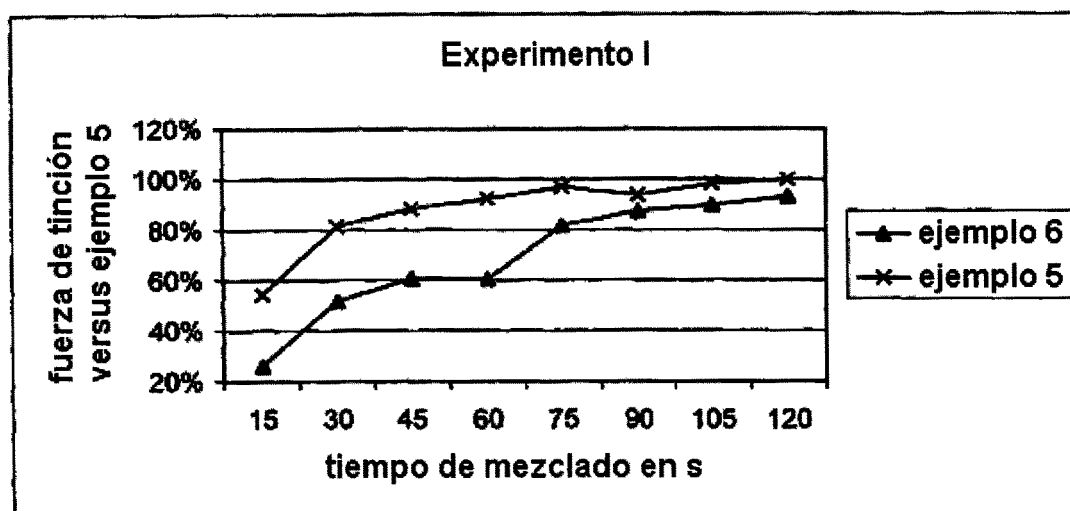


Figura 6: Experimento I con los ejemplos 5 y 6.

Figura 7

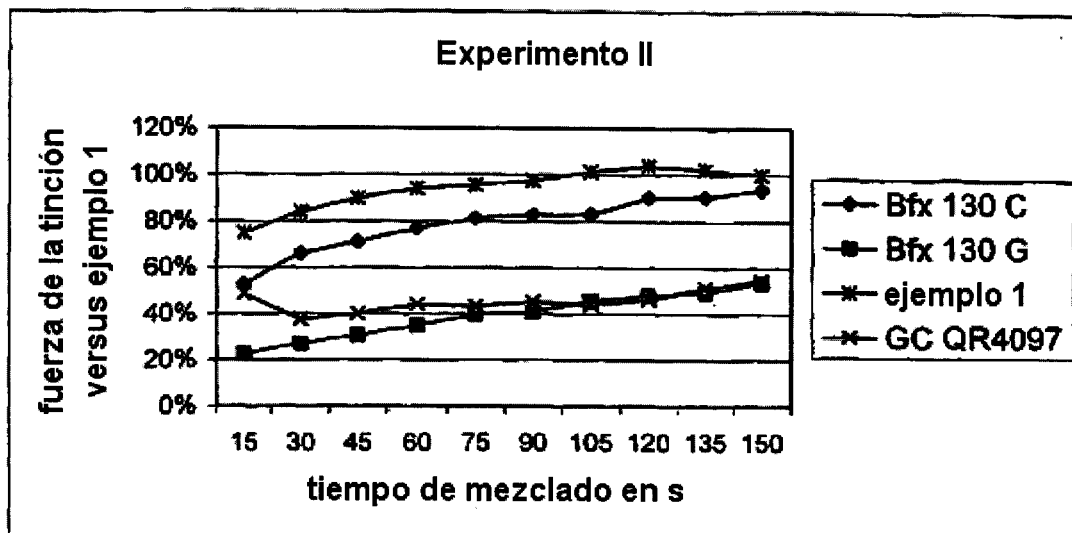


Figura 7: Experimento II con el ejemplo 1, Bayferrox® 130 C, Bayferrox® 130 G y Ferrispec™ GC QR4097.

Figura 8

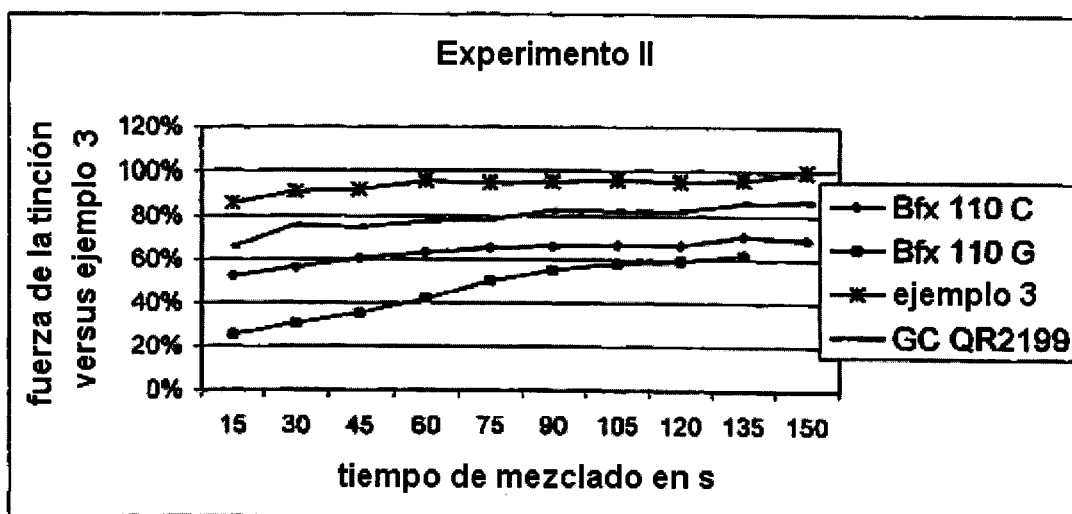


Figura 8: Experimento II con el ejemplo 3, Bayferrox® 110C, Bayferrox® 110G y Ferrispec™ GC QR2199.

Figura 9

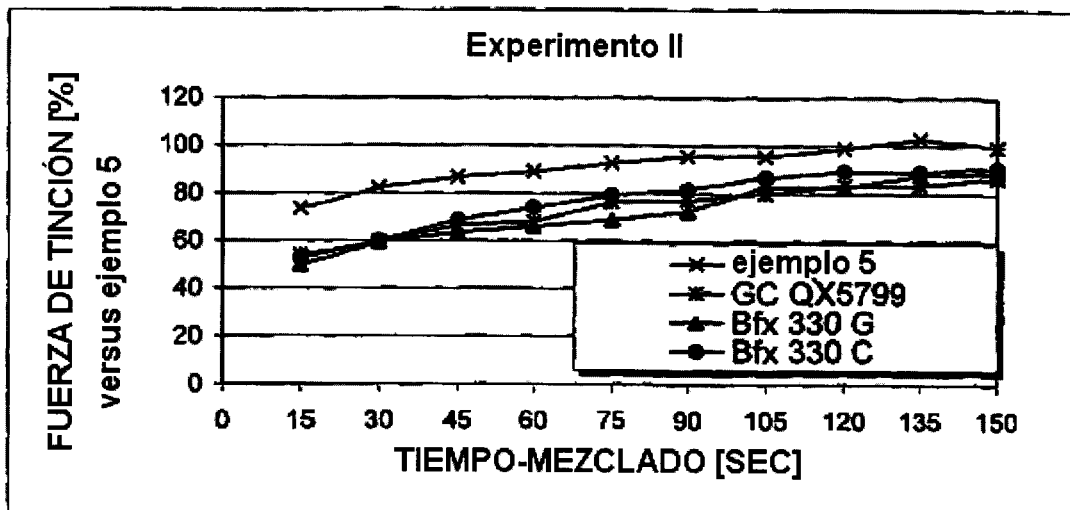


Figura 9: Experimento II con el ejemplo 5, Bayferrox® 330C, Bayferrox® 330 G y Ferrispec™ GC QX5799.

Figura 10

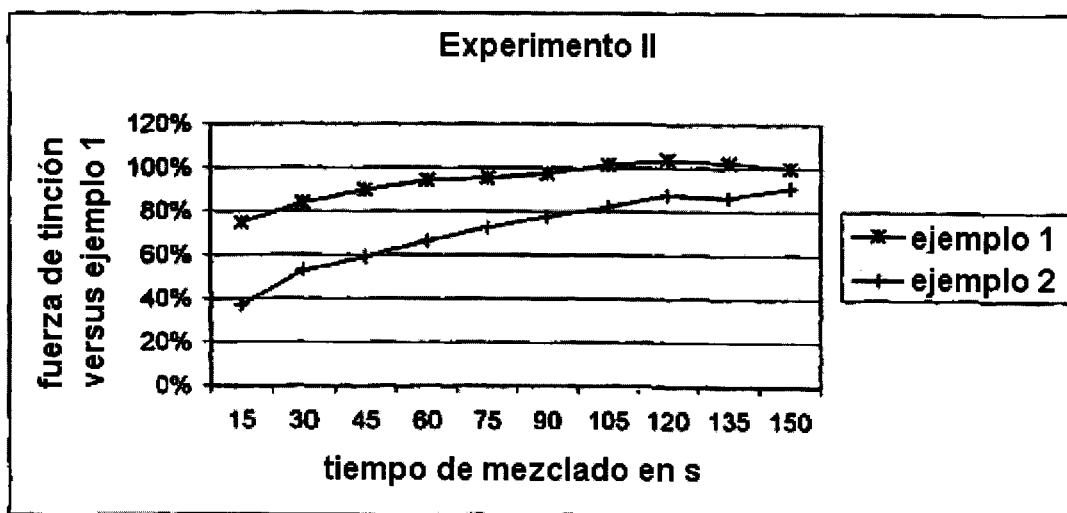


Figura 10: Experimento II con el ejemplo 1 y el ejemplo 2.

Figura 11

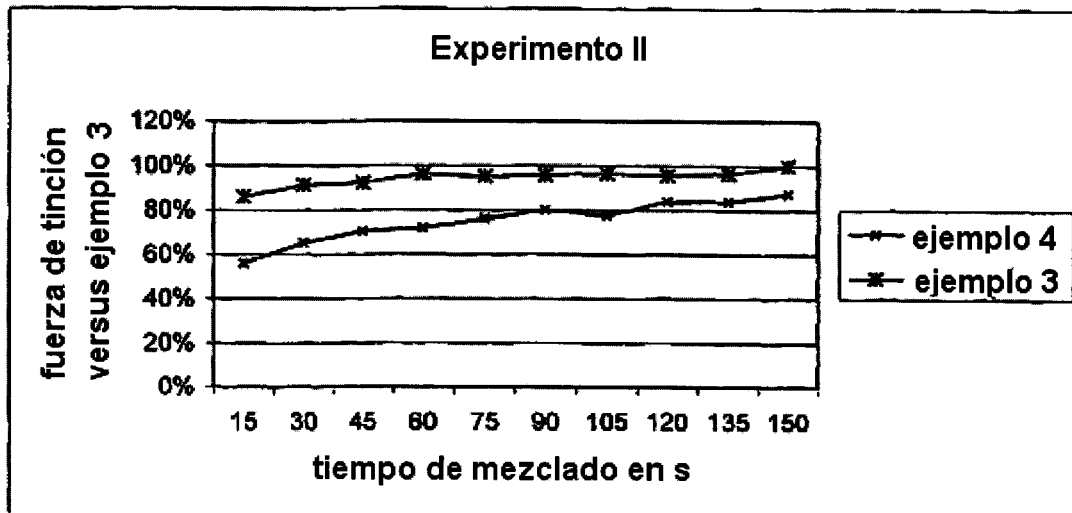


Figura 11: Experimento II con el ejemplo 3 y el ejemplo 4.

Figura 12

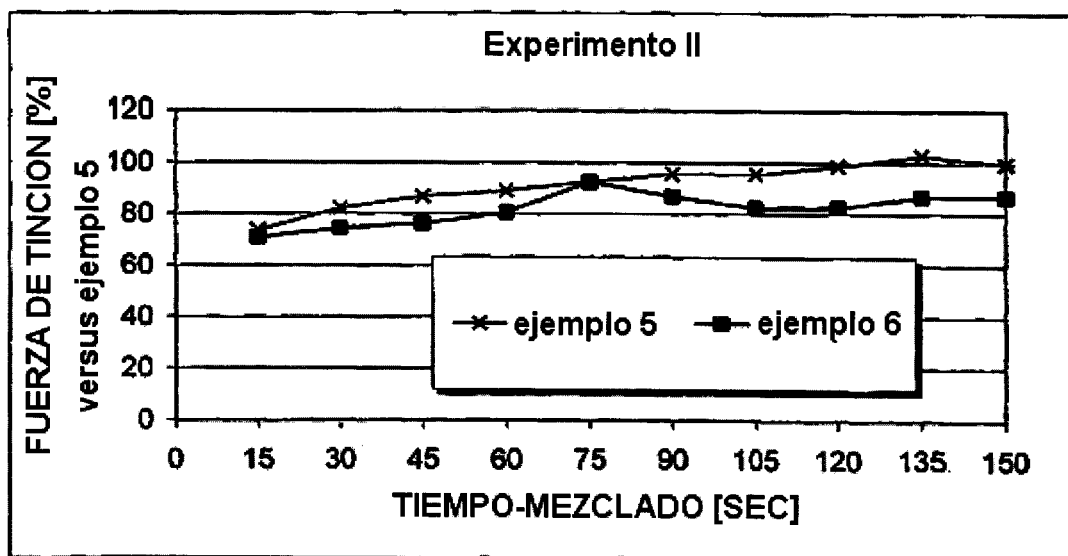


Figura 12: Experimento II con el ejemplo 5 y el ejemplo 6.

Figura 13

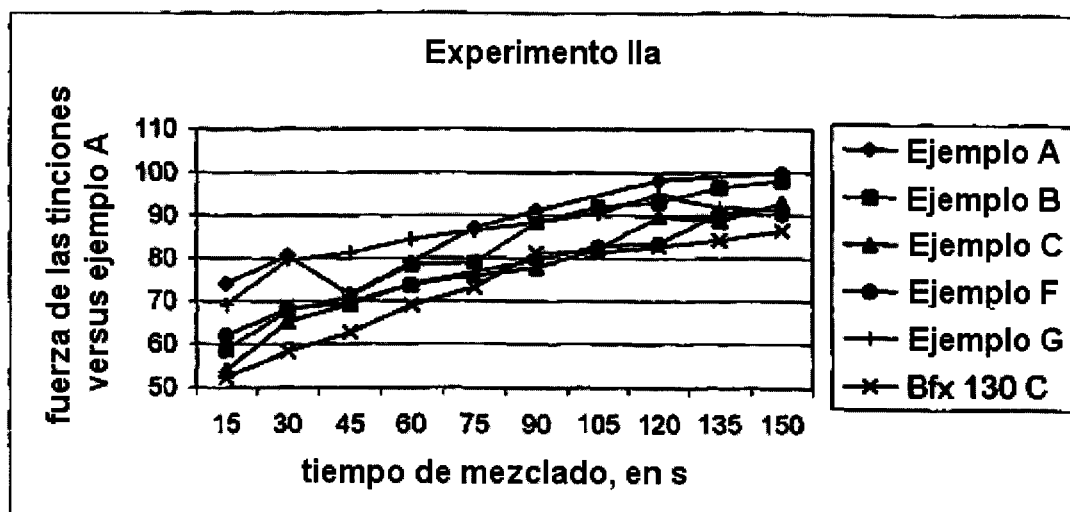


Figura 13: Desarrollo de la intensidad del color de los ejemplos A, B, C, F, G y Bayferrox® 130 C.

Figura 14

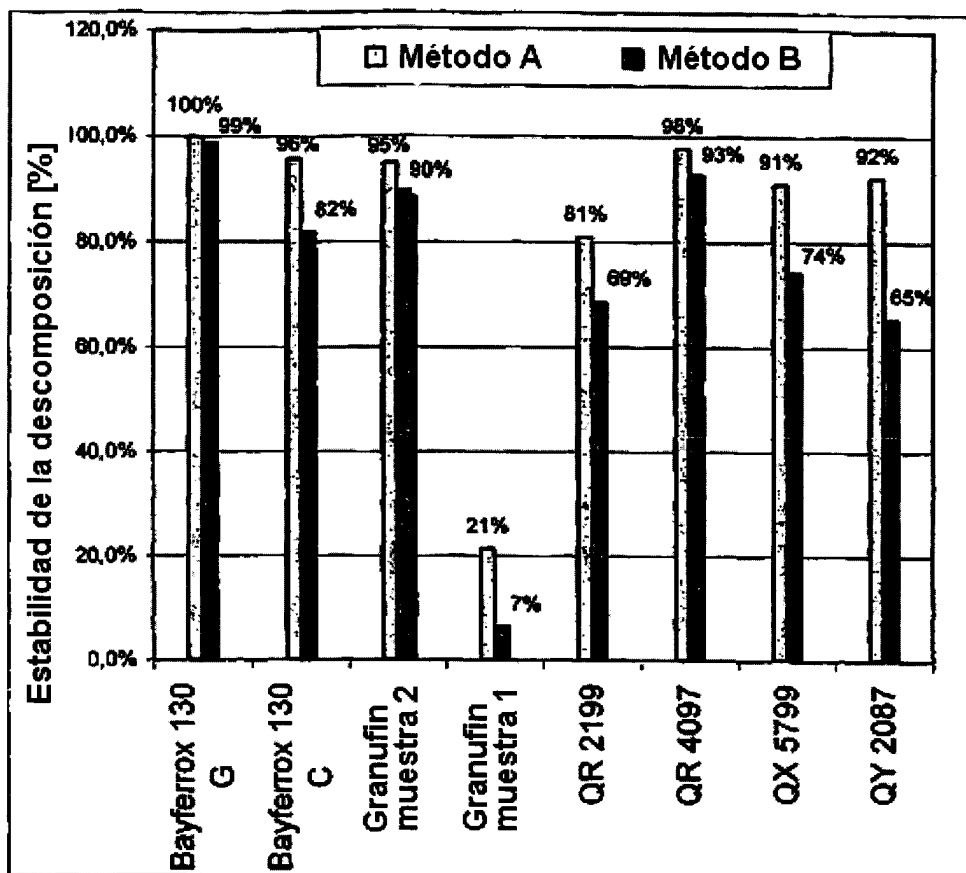


Figura 14: Resultados de los ensayos de tamizado para los ejemplos 1 y 2 y la técnica anterior según el método A y el método B.

Figura 15

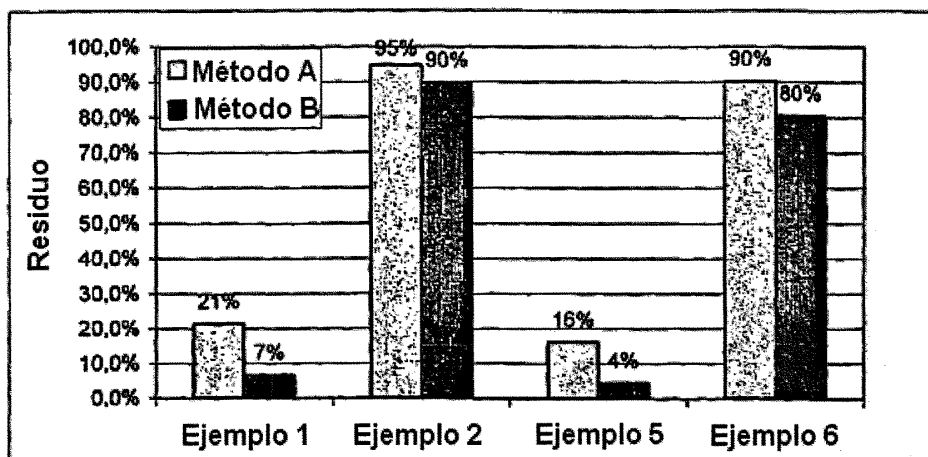


Figura 15: Resultados de los ensayos de tamizado de los ejemplos 1, 2, 5 y 6 según los métodos A y B.

Figura 16

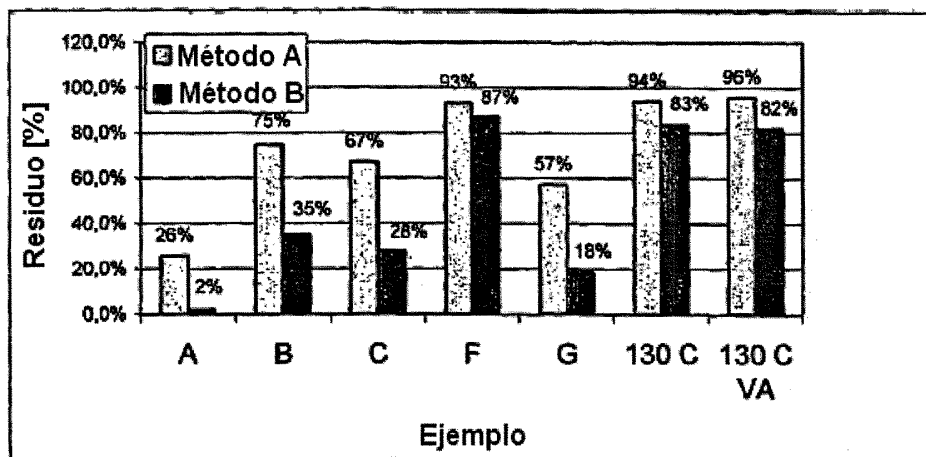


Figura 16: Resultados de los ensayos de tamizado para los ejemplos A, B, C, F, G y dos ejemplos comparativos con Bayferrox® 130 C (muestras diferentes).