

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 438 278**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

D21H 19/38 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.07.2009 E 09164353 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.09.2013 EP 2292701**

54 Título: **Método de mejora de la opacidad**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.01.2014

73 Titular/es:

**OMYA INTERNATIONAL AG (100.0%)
Baslerstrasse 42
4665 Oftringen, CH**

72 Inventor/es:

**GANE, PATRICK A.C.;
BURI, MATTHIAS y
RENTSCH, SAMUEL**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 438 278 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

Método de mejora de la opacidad

La presente invención se refiere a un proceso para la preparación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, en donde el recubrimiento resultante de dicha suspensión provee propiedades opacas o tiene un coeficiente de dispersión de la luz específico S.

En la práctica, los productos de papel y cartón tales como revistas, prospectos, folletos, envases etc. se recubren con el fin de darles propiedades ópticas benéficas tales como opacidad, brillo, brillo de la lámina y brillo de la impresión así como calidad de la impresión o para cambiar sus propiedades físicas. Las formulaciones que comprenden materiales de carbonato de calcio son especialmente conocidos por impartir opacidad y brillo al papel en virtud de sus características de la dispersión de la luz y, por lo tanto, los materiales de carbonato de calcio se utilizan en grandes cantidades como recubrimientos, pero también como rellenos, extensores y pigmentos para la fabricación de papel así como pinturas y lacas acuosas.

En la técnica, se han propuesto varios enfoques de mejora de las propiedades ópticas de recubrimientos preparadas a partir de suspensiones de carbonato de calcio. Por ejemplo, GB 1,073,943 se refiere a una composición de revestimiento apropiada para la aplicación de alta velocidad a un sustrato para formar sobre dicho sustrato una película opaca brillante que muestra buenas características de impresión y retención de la tinta controlada. Dicha composición comprende una dispersión acuosa de un material de matriz aglutinante formador de película, almidón, y un aditivo particulado, y una fase discontinua que comprende glóbulos de un líquido orgánico inmiscible en agua que tiene un punto de ebullición superior al del agua. US 5,449,402 describe la partículas de pigmento funcionalmente modificadas preparadas mediante la mezcla de un pigmento floculado de arcilla de caolín o carbonato de calcio con un modificador que tiene sitios de carga opuestos en signo a los sitios de carga del pigmento floculado, en donde el pigmento floculado es una suspensión acuosa de partículas de la torta de filtración.

Especialmente para la fabricación de papel que utiliza materiales de carbonato de calcio en las formulaciones de recubrimiento del papel, es ventajoso recibir estos materiales en la forma de suspensiones acuosas. Dado que el transporte de suspensiones de carbonato de calcio, sin embargo, debe ser económicamente viable, la cantidad de agua en la suspensión o el volumen de la suspensión deben ser tan pequeños como sea posible. Al mismo tiempo, la viscosidad de la suspensión debe ser muy baja con el fin de prevenir la sedimentación significativa de partículas sólidas. Adicionalmente, la suspensión debe ser suficientemente fluida (i.e. la viscosidad debe ser lo suficientemente baja) para ser bombeada fácilmente desde por ejemplo un vagón de mercancías a por ejemplo, un tanque.

Se han propuesto varios enfoques en la técnica, de mejora de las propiedades de suspensiones de carbonato de calcio para el transporte. Por ejemplo, US 3,989,195 describe un método de producción de una suspensión acuosa fácilmente bombeable de un material de carbonato de calcio natural que contiene al menos 60 % en peso de partículas menores de 2 micras de diámetro esférico equivalente, en donde el método comprende las etapas de formación de una suspensión acuosa de dicho material de carbonato de calcio natural y una menor cantidad de un compuesto que contiene iones de calcio o iones de carbonato y tiene una solubilidad en agua de al menos 0.05 g por 100 ml de agua a 25 °C; y después de eso la desfloculación del material de carbonato de calcio natural en dicha suspensión acuosa con un agente dispersante. DE 198 20122 describe las suspensiones de carbonato de calcio resistentes a la sedimentación, que contienen carbonato de calcio, agua y un agente humectante, e implica la adición de un compuesto de metal iónico (I) como inhibidor de la sedimentación.

Sin embargo, existe un problema específico que muy a menudo tiene impacto significativo en las propiedades ópticas de recubrimientos obtenidos a partir de suspensiones que comprenden materiales de carbonato de calcio, que se dispersan en agua para formar una suspensión estable por medio de un agente dispersante tal como un policarboxilato y/o un polifosfato. Como se determina anteriormente, las suspensiones de carbonato de calcio usualmente adicionalmente se concentran para el transporte. El proceso de concentración y la posterior dilución, por ejemplo en la aplicación, con frecuencia resulta en un deterioro de las propiedades ópticas en comparación con la suspensión original de dicho carbonato de calcio disperso, i.e. la suspensión antes de la concentración y la posterior dilución. Más exactamente, la opacidad de un recubrimiento resultante que se refleja mediante el coeficiente de dispersión de la luz disminuye durante la concentración de una suspensión de carbonato de calcio disperso y la pérdida de opacidad no se puede revertir después de la dilución de la suspensión concentrada de carbonato de calcio disperso a un contenido de sólido inferior deseado en la suspensión. Por consiguiente, el recubrimiento resultante de la suspensión diluida de carbonato de calcio disperso provee solo una opacidad significativamente disminuida y un coeficiente de dispersión de la luz que es mucho menor que el del recubrimiento resultante de la suspensión original de carbonato de calcio disperso en un contenido igual de sólidos. La pobre opacidad resultante o la disminución del coeficiente de dispersión de la luz son especialmente perjudiciales para las aplicaciones en el campo de fabricación de papel, recubrimientos y rellenos de masa así como en pinturas y plásticos.

5 Por lo tanto, existe una necesidad en la técnica para proveer un proceso que evite las desventajas anteriores y especialmente, permita mejorar el coeficiente de dispersión de la luz o la opacidad de un recubrimiento resultante de una suspensión de carbonato de calcio disperso que se deriva de la dilución de suspensiones concentradas acuosas de carbonato de calcio disperso. En otras palabras, sería deseable proveer un método que conduzca a suspensiones diluidas de carbonato de calcio disperso en donde el recubrimiento resultante preparado a partir de dicha suspensión tenga una opacidad superior o un coeficiente de dispersión de la luz más alto, en comparación con los métodos de la técnica anterior.

10 En consecuencia, es un objetivo de la presente invención proveer un proceso para la preparación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso en donde el recubrimiento resultante de dicha suspensión tenga propiedades ópticas mejoradas y especialmente un aumento del coeficiente de dispersión de la luz. Otros objetivos se pueden deducir de la siguiente descripción de la invención.

Los anteriores y otros objetivos se resuelven mediante la materia-referencia como se define en este documento en la reivindicación 1.

Las modalidades ventajosas del método de la invención se definen en las sub-reivindicaciones correspondientes.

15 De acuerdo con un aspecto de la presente solicitud, se provee un proceso para la preparación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso que provee propiedades ópticas mejoradas para los recubrimientos preparados a partir de la misma, en donde el proceso comprende las siguientes etapas:

20 a) proveer una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso; que comprende al menos un agente dispersante; en donde la suspensión acuosa tiene un contenido de sólidos entre 65 y 80 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa;

b) proveer al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, en donde el ión alcalino se selecciona de potasio y/o sodio;

c) diluir dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con agua; y

25 d) antes y/o durante y/o después de la etapa c) poner en contacto dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino.

en donde la suspensión acuosa del carbonato de calcio dispuesto después de la etapa d) tiene un valor de pH en el rango de 7.5 a 12.

30 Sorprendentemente, los inventores encontraron que el anterior proceso de acuerdo con la presente invención conduce a una suspensión de calcio disperso que provee un coeficiente de dispersión de la luz S más alto a los recubrimientos preparados a partir de la misma, que el coeficiente de dispersión de la luz S de un recubrimiento correspondiente preparado a partir de una suspensión de carbonato de calcio disperso que se trata de la misma manera pero sin ponerla en contacto como dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino (etapa d)). Más exactamente, los inventores encontraron que las propiedades ópticas de un recubrimiento preparado a partir de una suspensión de carbonato de calcio disperso que se obtiene por medio de la dilución de una suspensión concentrada correspondiente con agua para ajustar el nivel deseado de contenido de sólidos se puede mejorar, mediante la adición de definido(s) carbonato(s) alcalino y/o carbonato(s) de hidrógeno alcalino.

35 Se debe entender que para los propósitos de la presente invención, los siguientes términos tienen los siguientes significados:

40 De acuerdo con la presente invención, la "suspensión de carbonato de calcio" comprende carbonato de calcio molido (o natural) (GCC) y/o carbonato de calcio precipitado (PCC), el cual también se conoce como carbonato de calcio sintético.

El "carbonato de calcio molido" (GCC) en el sentido de la presente invención es un carbonato de calcio obtenido a partir de fuentes naturales incluyendo mármol, tiza o piedra caliza, y procesado a través de un tratamiento tal como molienda, tamizado y/o fraccionamiento por vía húmeda y/o seca, por ejemplo, mediante un ciclón.

45 El "carbonato de calcio precipitado" (PCC) en el sentido de la presente invención es un material sintetizado, generalmente obtenido por medio de la precipitación después de la reacción del dióxido de carbono y la cal, en un entorno acuoso o por medio de la precipitación de una fuente de calcio y carbonato en agua o por medio de la precipitación de los iones de calcio y carbonato, por ejemplo CaCl_2 y Na_2CO_3 , fuera de la solución.

Una "suspensión" o "lechada" en el sentido de la presente invención comprende los sólidos insolubles y agua y opcionalmente otros aditivos y usualmente contiene grandes cantidades de sólidos y, por lo tanto, es más viscosa y generalmente de mayor densidad que el líquido a partir del cual se forma.

5 Una suspensión de carbonato de calcio "disperso" en el sentido de la presente invención adicionalmente comprende al menos un agente dispersante y, por lo tanto, muestra una viscosidad más baja después de la agitación, durante cinco minutos a 2 000 rpm mediante el uso de un agitador de disco de diente que tiene un diámetro de 5 cm de la misma suspensión de carbonato de calcio preparada sin agente(s) dispersante(s).

10 De acuerdo con la presente invención el "coeficiente de dispersión de la luz" S se determina por un método descrito en US 2004/0250970, en donde la capacidad para dispersar la luz se expresa mediante el coeficiente de dispersión de la luz Kubelka-Munk, adicionalmente se describe en las publicaciones de Kubelka and Munk (Zeitschrift für Technische Physik 12,539, (1931)), y Kubelka (J.Optical Soc.Am. 38(5), 448, (1948) y J.Optical Soc.Am. 44(4), 330, (1954)) y US 5,558,850. Se debe entender que la "opacidad" o "coeficiente de dispersión de la luz" de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, realmente corresponde a la "opacidad" o el "coeficiente de dispersión de la luz" del recubrimiento o película obtenidos a partir de la suspensión de carbonato de calcio disperso. En otras palabras, la "opacidad" o el "coeficiente de dispersión de la luz" se miden o determinan sobre la base de un recubrimiento o película obtenidos a partir de la suspensión. A este respecto, es de señalar que la opacidad es una función conjunta del coeficiente de dispersión de la luz S y el coeficiente de absorción de la luz K; i.e. un K inferior, una mayor opacidad se relaciona directamente con S. En otras palabras, los efectos observados de la opacidad de materiales que tienen un alto brillo principalmente son un resultado de los cambios para S.

20 De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) tiene un contenido de sólidos entre 68 % en peso y 78 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a). De acuerdo con una modalidad especialmente preferida de la presente invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) es una suspensión concentrada acuosa de carbonato de calcio disperso, que preferiblemente tiene un contenido de sólidos entre 70 % en peso y 78 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a).

30 De acuerdo con otra modalidad preferida de la invención, al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se selecciona del grupo que consiste de carbonato de sodio, carbonato de potasio, bicarbonato de sodio, bicarbonato de potasio o mezclas de estos. De acuerdo con la presente invención, dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino preferiblemente es el carbonato de sodio y/o el carbonato de potasio.

35 De acuerdo con otra modalidad preferida de la invención, dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona en una cantidad de 0.001 % en peso y 5 % en peso, preferiblemente entre 0.025 % en peso y 2 % en peso, más preferiblemente entre 0.05 % en peso y 1 % en peso y más preferiblemente entre 0.1 % en peso y 0.5 % en peso, basándose en el peso seco del carbonato de calcio en la suspensión de la etapa a).

40 La etapa de poner en contacto la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con el carbonato(s) alcalino y/o carbonato(s) de hidrógeno alcalino se puede llevar a cabo inmediatamente antes, durante y/o después de la dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a). Por lo tanto, de acuerdo con una modalidad del proceso de la invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso en primer lugar se diluye y luego se pone en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino. De acuerdo con otra modalidad del proceso de la invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso se diluye de forma simultánea y se pone en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino. De acuerdo con una modalidad adicional del proceso de la invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, en primer lugar se pone en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino y a continuación se diluye, en donde la dilución debe producirse dentro de un periodo de tiempo específico después del contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino. De acuerdo con otra modalidad del proceso de la invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso se diluye en una o más porciones y al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona en una o más porciones.

50 De acuerdo con otra modalidad preferida de la invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) comprende además al menos un agente dispersante que se selecciona a partir del grupo que consiste de un agente dispersante orgánico, un agente dispersante inorgánico y las mezclas de estos. De acuerdo con la presente invención el agente dispersante orgánico comprende un polímero acrílico, un polímero vinílico, un copolímero acrílico y/o uno vinílico y el agente dispersante inorgánico comprende ortofosfato mono-, di- y/o trisódico, tripolifosfato de sodio y/o polifosfato de sodio. De acuerdo con la presente invención, los sitios ácidos de al menos un agente dispersante orgánico son preferiblemente parcial o completamente neutralizados por sodio.

Como se establece anteriormente, el proceso de la invención para la preparación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso que provee propiedades ópticas mejoradas comprende las etapas a), b), c) y d). A continuación, se hace referencia a otros detalles de la presente invención y especialmente a las anteriores etapas del proceso de la invención para la preparación de las suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso, que

5

Etapa a): provisión de una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso

De acuerdo con la etapa a) del proceso de la presente invención, se provee una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso. Las partículas de carbonato de calcio (CaCO_3) de la suspensión pueden ser de dos tipos: carbonato de calcio molido (o natural) (GCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC) o mezclas de los anteriores.

10 GCC se entiende que es una forma de origen natural de carbonato de calcio, extraído de rocas sedimentarias tales como piedra caliza o tiza, o de rocas de mármol metamórficas y procesado a través de un tratamiento tal como molienda, tamizado y/o fraccionamiento en forma húmeda y/o seca, por ejemplo por un ciclón o clasificador. Preferiblemente, el carbonato de calcio natural se selecciona del grupo que comprende mármol, tiza, calcita, dolomita, piedra caliza y mezclas de estos.

15 Por el contrario, el carbonato de calcio del tipo PCC incluye productos de carbonato de calcio sintético obtenidos por medio de la carbonatación de una lechada de hidróxido de calcio, comúnmente conocida en la técnica como una lechada de cal o leche de cal cuando se deriva de partículas de óxido de calcio finamente divididas en agua o por medio de la precipitación de una solución de sal iónica. El PCC pueden ser romboédrico y/o escalenoédrico y/o aragonítico; el carbonato de calcio sintético o carbonato de calcio precipitado preferido que comprende formas de

20

El carbonato de calcio particulado de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) puede tener una distribución de tamaño de partícula como se emplea convencionalmente para el o los materiales involucrados en el tipo de producto que se produce. En general, el 90 % en peso de las partículas de carbonato de calcio pueden tener un dee (diámetro esférico equivalente según se mide por la técnica de sedimentación bien conocida utilizando un Sedigraph™ 5100 de Micromeritics Instrument Corporation) en el rango de 0.1 μm a 5 μm , preferiblemente en el rango de 0.2 μm a 2 μm y más preferiblemente en el rango de 0.5 μm a 1.5 μm . En una modalidad preferida, el 74 % en peso de las partículas de carbonato de calcio puede tener un dee de partícula de menos de 1 μm y el 12 % en peso de las partículas puede tener un dee de partícula de menos de 0.2 μm . En otra modalidad preferida, el 60 % en peso de las partículas de carbonato de calcio puede tener un dee de

25

30

Se prefiere que las partículas de carbonato de calcio en la suspensión tengan un valor de diámetro d_{50} medio entre 0.005 μm a 2 μm , preferiblemente de 0.2 μm a 1 μm y más preferiblemente de 0.4 μm a 0.8 μm , por ejemplo 0.6 μm y 0.8 μm , según se mide utilizando un Sedigraph™ 5100 de Micromeritics Instrument Corporation. Como se utiliza en este documento y como se define generalmente en la técnica, el valor d_{50} se define como el tamaño en el cual el 50 % (el punto medio) de la masa o el volumen de la partícula se explica por las partículas que tienen un diámetro igual al valor especificado. El método y el instrumento se conocen por el experto y se utilizan comúnmente para determinar el tamaño de grano de cargas y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una solución acuosa del 0.1 % en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras se dispersan utilizando un agitador de alta velocidad y supersónicos.

35

40

En una modalidad preferida, las partículas de carbonato de calcio en la suspensión muestran un área de superficie específica BET entre 1 m^2/g a 200 m^2/g , más preferiblemente 3 m^2/g a 25 m^2/g , más preferiblemente 5 m^2/g a 15 m^2/g y aún más preferiblemente 6 m^2/g a 12 m^2/g , medida utilizando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la ISO 9277.

Las partículas de carbonato de calcio de la presente invención se suspenden en agua y por lo tanto forman una suspensión acuosa o lechada.

45 La suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) tiene un contenido de carbonato de calcio entre 65 % en peso y 80 % en peso, preferiblemente entre 68 % en peso y 78 % en peso, y más preferiblemente 70 % en peso a 78 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso. De acuerdo con una modalidad especialmente preferida, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) es una suspensión concentrada de carbonato de calcio disperso que

50

55

es especialmente apropiada para el transporte. La suspensión debe, por una parte, ser concentrada con el fin de permitir el transporte económicamente ventajoso y, por otro lado debe ser estable (sin sedimentación significativa). Preferiblemente, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso tiene un contenido de sólidos de carbonato de calcio entre 70 % en peso y 78 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a). Por lo tanto, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) tiene preferiblemente un contenido de agua menor del 35 % en peso y más preferiblemente menor del 30 % en

peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a).

De acuerdo con la presente invención, el carbonato de calcio particulado se dispersa en la suspensión acuosa de la etapa a) y, por lo tanto, la suspensión comprende además un agente dispersante apropiado.

5 Tal agente dispersante preferiblemente es al menos un agente dispersante inorgánico y/o agente dispersante orgánico. Preferiblemente, dicho agente dispersante orgánico está hecho de monómeros y/o co-monómeros seleccionados del grupo que consiste de ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, ácido crotonico, ácido fumárico, ácido maleico anhídrido, los ésteres de ácidos acrílico y metacrílico y las mezclas de estos. En una
10 modalidad preferida, al menos un agente dispersante orgánico se selecciona del grupo que consiste de un polímero acrílico, un polímero vinílico, un copolímero acrílico y uno vinílico y las mezclas de estos. En otra modalidad preferida, como agentes dispersantes se utilizan, los agentes dispersantes inorgánicos tales como ortofosfato mono-, di- y/o trisódico, tripolifosfato de sodio y/o polifosfato de sodio, especialmente en combinación con el ácido poliacrílico.

15 Los agentes dispersantes orgánicos tales como polímeros acrílicos, polímeros vinílicos, copolímeros acrílico y vinílico o las mezclas de estos que tienen múltiples sitios ácidos pueden ser neutralizados parcial o totalmente. En una modalidad preferida, el agente dispersante orgánico que puede ser utilizado de acuerdo con la presente invención se neutraliza parcial o completamente, preferiblemente a un grado de 5 % a 100 %, más preferiblemente a un grado de 25 % a 100 % y más preferiblemente a un grado de 75 % a 100 % utilizando un agente neutralizante que contiene iones de metales alcalinos y/o metales alcalinotérreos. En una modalidad especialmente preferida, los
20 sitios ácidos de al menos un agente dispersante orgánico se neutralizan utilizando un agente neutralizante que contiene solo sodio. En otra modalidad especialmente preferida, los sitios ácidos del agente dispersante orgánico se neutralizan utilizando un agente neutralizante que contiene solo potasio. En una modalidad adicional especialmente preferida, los sitios ácidos del agente dispersante orgánico se neutralizan utilizando un agente neutralizante que contiene una mezcla de sodio y potasio.

25 En otra modalidad preferida, los sitios ácidos del agente dispersante orgánico se neutralizan parcial o completamente por iones de metales alcalinotérreos contenidos en la suspensión acuosa de carbonato de calcio, por ejemplo, por la reacción in-situ del agente dispersante orgánico con partículas en la suspensión; i.e. el agente dispersante orgánico se adiciona en dicha suspensión en la forma del correspondiente agente dispersante orgánico sin neutralizar y parcial o completamente neutralizado, después de su adición en la suspensión acuosa de carbonato
30 de calcio. En este caso, los sitios ácidos del agente dispersante orgánico se neutralizan parcial o completamente preferiblemente a un grado de 5 % a 100 %, más preferiblemente a un grado de 25 % a 100 % y más preferiblemente a un grado de 75 % a 100 % por dichos iones de metales alcalinotérreos. En una modalidad preferida, los sitios ácidos del agente dispersante orgánico se neutralizan parcial o completamente por iones de calcio y/o iones de magnesio.

35 Tal agente dispersante orgánico y/o inorgánico preferiblemente puede tener un peso molecular entre 1 000 g/mol y 100 000 g/mol, preferiblemente entre 2 000 g/mol y 40 000 g/mol, más preferiblemente entre 3 000 g/mol y 35 000 g/mol. En particular, si los sitios ácidos de un agente dispersante orgánico se neutralizan parcial o completamente por un agente neutralizante que contiene iones de metales alcalinos, tal agente dispersante puede tener preferiblemente un peso molecular entre 1 000 g/mol y 100 000 g/mol, más preferiblemente entre 2 000 g/mol y 40
40 000 g/mol y más preferiblemente entre 3 000 g/mol y 35 000 g/mol. En el caso de que los sitios ácidos del agente dispersante se neutralicen parcial o completamente por un agente neutralizante que contiene iones de metales alcalinotérreos, tal agente dispersante preferiblemente puede tener un peso molecular entre 3 000 g/mol y 20 000 g/mol.

45 La cantidad total del agente dispersante en la suspensión de carbonato de calcio disperso, puede estar en el rango entre 0.05 % en peso y 2.0 % en peso, preferiblemente entre 0.1 % en peso y 1.2 % en peso y más preferiblemente entre 0.2 % en peso y 0.8 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a).

50 En otra modalidad preferida, la cantidad total del agente dispersante en la suspensión de carbonato de calcio disperso puede estar en el rango entre 0.075 % en peso y 3.0 % en peso, preferiblemente entre 0.15 % en peso y 1.8 % en peso y más preferiblemente entre 0.3 % en peso y 1.2 % en peso, basándose en el contenido de carbonato de calcio en la suspensión.

55 La suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) preferiblemente se obtiene a partir de una correspondiente suspensión diluida acuosa de carbonato de calcio, mediante la concentración de dicha suspensión diluida. La concentración de la correspondiente suspensión de carbonato de calcio se puede lograr por medio de un proceso térmico, por ejemplo en un evaporador, o por medio de un proceso mecánico, por ejemplo en una prensa de filtro y/o centrifuga.

El agente dispersante preferiblemente se adiciona antes o después de la concentración de la correspondiente suspensión de carbonato de calcio. El punto en el tiempo para añadir el agente dispersante puede depender del proceso elegido para la concentración de la correspondiente suspensión de carbonato de calcio; i.e. la adición del agente dispersante puede depender de si se utiliza un proceso térmico o mecánico.

5 En el caso en el que la concentración de la suspensión de carbonato de calcio se lleva a cabo por medio de un proceso térmico, la concentración preferiblemente se lleva a cabo en la presencia de un agente dispersante, que se adiciona a la suspensión con el fin de mantener las partículas de carbonato de calcio finamente disperso en la suspensión para obtener la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a).

10 En el caso en el que la concentración de la suspensión de carbonato de calcio se lleva a cabo por medio de un proceso mecánico, la concentración preferiblemente se lleva a cabo en ausencia de un agente dispersante. La torta de filtración obtenida de carbonato de calcio que preferiblemente se dispersa en agua junto con un agente dispersante con el fin de mantener las partículas de carbonato de calcio finamente dispersas en la suspensión para obtener la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a).

15 Adicionalmente, las partículas de carbonato de calcio adicionalmente se pueden moler antes del proceso para la preparación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la presente invención. Preferiblemente, la etapa de molienda se lleva a cabo antes de dicha concentración de la correspondiente suspensión, para obtener la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a). La molienda de las partículas de carbonato de calcio preferiblemente se lleva a cabo en ausencia o en la presencia de un agente dispersante. En el caso en el que se lleva a cabo la etapa de molienda de las partículas de carbonato de calcio en ausencia de un agente dispersante, la correspondiente suspensión tiene preferiblemente un contenido de sólidos menor del 40 % en peso, más preferiblemente menor del 30 % en peso y más preferiblemente menor del 20 % en peso, basándose en el peso total de la correspondiente suspensión de carbonato de calcio. En el caso en el que se lleva a cabo la etapa de molienda de las partículas de carbonato de calcio, en la presencia de un agente dispersante, la correspondiente suspensión tiene preferiblemente un contenido de sólidos de más de 30 % en peso, más preferiblemente de más de 60 % en peso y más preferiblemente de más de 70 % en peso, por ejemplo 72 % en peso a 82 % en peso basándose en el peso total de la suspensión de carbonato de calcio correspondiente. La etapa de molienda se puede llevar a cabo con cualquier dispositivo de molienda convencional tal como un molino de molienda conocido por un experto.

20 Por lo general, las suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso de acuerdo con la presente invención tiene un valor de pH en el rango de 7.5 a 12, preferiblemente un valor de pH de 8 a 11, más preferiblemente un valor de pH de 8.5 a 10.5 y más preferiblemente un valor de pH de 9 a 10.5. La viscosidad preferiblemente está en el rango entre 50 mPa·s a 800 mPa·s y más preferiblemente en el rango entre 150 mPa·s a 600 mPa·s, como se mide con un viscosímetro Brookfield DV-II a una velocidad de 100 rpm y equipado con un husillo LV-3 después de la agitación, durante cinco minutos a 2 000 rpm, mediante el uso de un agitador de disco de diente que tiene un diámetro de 5 cm.

35 Etapla b): provisión de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino

De acuerdo con la etapa b) del proceso de la presente invención, se provee al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino.

40 En una modalidad preferida de la presente invención el ión alcalino del carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino preferiblemente se selecciona del grupo que comprende sodio, potasio y mezclas de estos. El carbonato de sodio, carbonato de potasio, carbonato de potasio-sodio, bicarbonato de sodio, bicarbonato de potasio y las mezclas de estos, se prefieren los carbonatos alcalino y/o carbonatos de hidrógeno alcalino de la presente invención.

45 En una modalidad preferida, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino es el carbonato de sodio. En otra modalidad preferida, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino es el carbonato de potasio. En una modalidad adicional preferida, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino es una mezcla de carbonato de sodio y carbonato de potasio.

50 Si se utiliza una mezcla de carbonato de sodio y carbonato de potasio de acuerdo con la presente invención, la relación molar de carbonato de sodio y carbonato de potasio es de 99:1 a 1:99, más preferiblemente de 50:1 a 1:50, aún más preferiblemente de 25:1 a 1:25 y más preferiblemente de 10:1 a 1:10. En una modalidad especialmente preferida de la presente invención la relación molar de carbonato de sodio y carbonato de potasio es aproximadamente 1:1. En otra modalidad preferida, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino es el carbonato de potasio-sodio ($\text{Na}_2\text{K}_2(\text{CO}_3)_2$).

Si se utiliza una mezcla de carbonato alcalino y carbonato de hidrógeno alcalino, de acuerdo con la presente invención, la relación molar del carbonato alcalino y el carbonato de hidrógeno alcalino es de 99:1 a 1:99, más

preferiblemente de 50:1 a 1:50, aún más preferiblemente de 25:1 a 1:25 y más preferiblemente de 10:1 a 1:10. En una modalidad especialmente preferida de la presente invención, la relación molar de carbonato alcalino y carbonato de hidrógeno alcalino es aproximadamente 1:1.

5 En el contexto de la presente invención, el término "carbonato de sodio" deberá incluir carbonato de sodio en la forma anhidra así como las formas que comprenden agua de cristal (hidrato). Por lo tanto, el término "carbonato de sodio" comprende carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3), carbonato de sodio monohidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), carbonato de sodio dehidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$), carbonato de sodio pentahidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$), carbonato de sodio heptahidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), carbonato de sodio decahidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) y dihidrato dicarbonato de hidrógeno trisódico ($\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$), sesquicarbonato de sodio ($\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2$), y las sales de bicarbonato tales como bicarbonato de sodio y las mezclas de estos. Preferiblemente, el carbonato de sodio de la presente invención se selecciona del grupo que consiste de carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3), carbonato de sodio monohidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), carbonato de sodio heptahidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$), carbonato de sodio decahidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) y las mezclas de estos. En una modalidad especialmente preferida, el carbonato de sodio de la presente invención es el carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) o el carbonato de sodio decahidrato ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$).

15 El término "carbonato de potasio" también se refiere a carbonato de potasio en la forma anhidra así como las formas que comprenden agua de cristal (hidrato). Por lo tanto, el término "carbonato de potasio" incluye carbonato de potasio anhidro (K_2CO_3), carbonato de potasio sesquihidrato ($\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 1.5 \text{H}_2\text{O}$), carbonato de potasio dihidrato ($\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$), carbonato de potasio trihidrato ($2 \text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$), carbonato de potasio hexahidrato ($\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$), carbonato de potasio octahidrato ($\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$), carbonato de potasio decahidrato ($\text{K}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) y las sales de bicarbonato tales como bicarbonato de potasio y las mezclas de estos. Preferiblemente, el carbonato de potasio de la presente invención es el carbonato de potasio anhidro (K_2CO_3).

25 En el contexto de la presente invención, el término "bicarbonato de sodio" deberá incluir bicarbonato de sodio en la forma anhidra así como las formas que comprenden agua de cristal (hidrato). Por lo tanto, el término "bicarbonato de sodio" incluye bicarbonato de sodio anhidro (NaHCO_3) y bicarbonato de sodio monohidrato ($\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$), bicarbonato de sodio dihidrato ($\text{Na}_3\text{H}(\text{CO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) y las mezclas de estos. Preferiblemente, el bicarbonato de sodio de la presente invención es el bicarbonato de sodio anhidro (NaHCO_3).

En el contexto de la presente invención, el término "bicarbonato de potasio" también deberá incluir bicarbonato de potasio en la forma anhidra así como las formas que comprenden agua de cristal (hidrato). Preferiblemente, el ácido de potasio de la presente invención es el bicarbonato de potasio anhidro (KHCO_3).

30 Si al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se pone en contacto con dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se disocia en los correspondientes grupos iónicos individuales, es decir, en grupos catiónicos tales como iones de sodio y/o iones de potasio y/o iones de hidronio y grupos aniónicos de carbonato y/o carbonato de hidrógeno.

35 El carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la presente invención preferiblemente se adiciona en una cantidad de manera que este contenido en la suspensión de carbonato de calcio disperso resultante en una concentración entre 0.001 % en peso y 5 % en peso, preferiblemente entre 0.025 % en peso y 2 % en peso, más preferiblemente entre 0.05 % en peso y 1 % en peso y más preferiblemente entre 0.1 % en peso y 0.5 % en peso, basándose en el peso seco del carbonato de calcio en la suspensión de la etapa a).

40 En otra modalidad preferida, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona en el rango de aproximadamente 0.00075 % en peso a 7.5 % en peso, más preferiblemente en el rango de aproximadamente 0.0075 % en peso a 3.75 % en peso, aún más preferiblemente en el rango de aproximadamente 0.075 % en peso a 2.0 % en peso y más preferiblemente en el rango de aproximadamente 0.2 % en peso a 1.25 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso.

45 Es de señalar que, las relaciones molares, las relaciones en peso y las cantidades de carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino en el sentido de la presente invención se refieren al carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, respectivamente, en la forma anhidra; i.e. el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino sin agua de cristal adicional. Adicionalmente, las relaciones y las cantidades mencionadas anteriormente reflejan las relaciones y las cantidades de carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino que se adicionan a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y no tienen en cuenta la conversión de partes de dicho carbonato alcalino en el correspondiente carbonato de hidrógeno alcalino y viceversa. En este contexto, además se debe señalar que dicha conversión se produce naturalmente en la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, dependiendo del valor de pH de dicha suspensión.

55 Con respecto al valor de pH, además se debe señalar que el valor de pH de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso puede cambiar, mediante el contacto de dicha suspensión con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino. En el caso de que se observe tal cambio en el valor de pH, el valor de pH de la

- 5 suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso después de poner en contacto dicha suspensión con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino debería ser como máximo de 4 unidades (1 unidad = 1,0), preferiblemente a lo sumo de 3 unidades, más preferiblemente a lo sumo de 2 unidades, aún más preferiblemente a lo sumo de 1 unidad y más preferiblemente a lo sumo de 0.5 unidades por encima del valor de pH como se mide para la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a). Sin embargo, aún si se observa un cambio en el valor de pH, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso resultante tiene un valor de pH en el rango de 7.5 a 12, preferiblemente un valor de pH de 8 a 11, más preferiblemente un valor de pH de 8.5 a 10.5 y más preferiblemente un valor de pH de 9 a 10.5 después de poner en contacto dicha suspensión con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino.
- 10 El al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se puede adicionar a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso en cualquier forma sólida apropiada, por ejemplo en la forma de gránulos o un polvo. Alternativamente, se puede adicionar al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso en la forma de una suspensión o solución.
- 15 Preferiblemente, la concentración de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino en la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso es tal que la relación en peso del carbonato de calcio:carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino es de 250:1 a 10:1, más preferiblemente 200:1 a 25:1, y aún más preferiblemente 175:1 a 60:1. Si al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino es el carbonato de sodio, la concentración en la suspensión de carbonato de calcio preferiblemente es tal que la relación en peso de carbonato de calcio:carbonato de sodio es de 200:1 a 10:1, más preferiblemente 150:1 a 25:1, y aún más preferiblemente 100:1 a 50:1.
- 20 Si al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino es el carbonato de potasio, la concentración en la suspensión de carbonato de calcio preferiblemente es tal que la relación en peso carbonato de calcio:carbonato de potasio es de 250:1 a 50:1, más preferiblemente 200:1 a 100:1, y aún más preferiblemente 175:1 a 120:1.
- 25 Es de señalar que las figuras mencionadas anteriormente reflejan la cantidad de carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino que se adiciona a una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con el fin de mejorar las propiedades ópticas y especialmente la opacidad de un recubrimiento obtenido a partir de la suspensión diluida de carbonato de calcio disperso en comparación con un recubrimiento correspondiente de una suspensión de carbonato de calcio disperso que no es tratado de acuerdo con la presente invención. Por lo tanto, las figuras no están destinadas a cubrir cualquiera de los carbonato(s) alcalino y/o carbonato(s) de hidrógeno alcalino que naturalmente pueda(n) estar presente(s) en la suspensión acuosa o que pueda(n) haber sido adicionado(s) antes de llevar a cabo el proceso de la invención y especialmente la etapa de dilución. La cantidad de carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de origen natural disuelto en una suspensión de carbonato de calcio usualmente es insignificante y muy por debajo de 100 ppm, basándose en el contenido de carbonato de calcio de la suspensión.
- 30
- 35 Etapa c): dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a):
- De acuerdo con la etapa c) del proceso de la presente invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) se diluye con agua.
- 40 En una modalidad de la presente invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) se diluye con agua para producir una suspensión de carbonato de calcio disperso, que tiene un contenido de sólidos, que permita la manipulación (por ejemplo bombeo) y el uso o solicitud de la suspensión de carbonato de calcio disperso. En otras palabras, la etapa de dilución c) puede servir para transformar la suspensión concentrada (transportable) de carbonato de calcio disperso en una suspensión diluida de carbonato de calcio disperso, que está lista para el uso adicional o manipulación. Preferiblemente, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) se diluye para producir un contenido de carbonato de calcio de como máximo 70 % en peso
- 45 preferiblemente entre 30 % en peso y 70 % en peso, más preferiblemente entre 50 % en peso y 68 % en peso y más preferiblemente entre 55 % en peso a 65 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso.
- 50 En una modalidad preferida, el contenido de agua de la suspensión diluida de carbonato de calcio disperso está entre 1 % en peso y 25 % en peso, más preferiblemente entre 5 % en peso y 15 % en peso y más preferiblemente entre 8 % en peso y 13 % en peso por encima del contenido de agua de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a), en donde los anteriores % en peso representan se basan en el contenido de agua de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a).
- 55 El agua que se utiliza para la dilución de la suspensión acuosa del carbonato de calcio disperso de la etapa a) puede ser agua del grifo y/o agua desionizada. Preferiblemente, el agua se utiliza para la dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) es agua desionizada.

En una modalidad preferida de la presente invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) se diluye en una porción y/o de forma continua durante un periodo de 1 h o menos, preferiblemente, durante un periodo de 45 min o menos, más preferiblemente, durante un periodo de 30 min o menos y más preferiblemente, durante un periodo de 15 min o menos para una concentración apropiada de carbonato de calcio en la suspensión. En una modalidad especialmente preferida la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) se diluye, durante un periodo de 10 min o menos a una concentración apropiada de carbonato de calcio en la suspensión. En otra modalidad preferida de la presente invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) se diluye en varias porciones a una concentración apropiada de carbonato de calcio en la suspensión, preferiblemente en dos a cinco porciones, más preferiblemente en dos a cuatro porciones, aún más preferiblemente en dos a tres porciones y más preferiblemente en dos porciones.

En el caso de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) se diluye en varias porciones, se adiciona preferiblemente agua en porciones aproximadamente iguales a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso. Como una alternativa, también es posible adicionar agua en porciones desiguales a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, i.e. en porciones más grandes y más pequeñas, en donde en el caso de la adición de dos porciones la relación en peso de la porción más grande con la porción más pequeña preferiblemente es 60:40, más preferiblemente 70:30, aún más preferiblemente 80:20 y más preferiblemente 90:10. En una modalidad preferida, la porción más grande se adiciona primero, seguido por la adición de la porción más pequeña de agua a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con el fin de diluir la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a). En otra modalidad preferida, primero se adiciona la porción más pequeña de agua, seguido por la adición de la porción más grande a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, con el fin de diluir la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a).

Se prefiere especialmente diluir la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso durante la agitación, preferiblemente mediante el uso de un mezclador de rotor-estator.

Etapa d): poner en contacto la suspensión de carbonato de calcio disperso con dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino

De acuerdo con la etapa d) del proceso de la presente invención, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) se pone en contacto con dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) en un entorno acuoso antes y/o durante y/o después de la etapa c). Dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, preferiblemente se procesa con la etapa d) vía una o más de las siguientes rutas:

Ruta IA: de forma simultánea poner en contacto dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) y la dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a);

Ruta IIA: primero diluir dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) y a continuación, poner en contacto la suspensión diluida de carbonato de calcio disperso con dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b);

Ruta IIIA: primero poner en contacto dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) y a continuación, diluir dicha suspensión de carbonato de calcio disperso de la etapa a).

En el caso, cuando la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) se diluye de forma simultánea y se pone en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino (Ruta IA), dicho carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino antes de la adición preferiblemente se combina o mezcla en una porción o la cantidad completa de agua necesaria o utilizada para la dilución de la suspensión de carbonato de calcio disperso. Por consiguiente, una suspensión o solución de carbonato alcalino y/o hidrógeno alcalino se puede adicionar a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso en la etapa d).

La suspensión o solución de carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso en una porción y/o de forma continua, durante un periodo de 1 h o menos, preferiblemente, durante un periodo de 45 min o menos, más preferiblemente, durante un periodo de 30 min o menos y más preferiblemente, durante un periodo de 15 min o menos y en una modalidad especialmente preferida, durante un periodo de 10 min o menos. En otra modalidad preferida, la mezcla de agua y el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, se adiciona en varias porciones a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, por ejemplo, en dos porciones de cantidades iguales. Si la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso se diluye en varias porciones, también es posible combinar o mezclar al menos un carbonato alcalino y/o

carbonato de hidrógeno alcalino en sólo una porción de agua para la dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso antes de la adición y a continuación, la adición de dicha porción que contiene al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso. Después de la adición completa de dicha porción, se puede adicionar al menos una porción adicional de agua a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso.

5

En el caso en el que la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) se diluya antes de poner en contacto dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) a través de la Ruta IIA, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, por ejemplo, puede ser adicionado a la suspensión diluida acuosa de carbonato de calcio disperso en una porción y/o de forma continua, durante un periodo de 15 min o menos, preferiblemente, durante un periodo de 10 min o menos, más preferiblemente, durante un periodo de 5 min o menos. Una vez más, una suspensión o solución de carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se puede utilizar para añadir el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino. Alternativamente, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se puede adicionar en forma sólida, por ejemplo como un polvo.

10

15

La suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) preferiblemente se pone en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) dentro de los tres días después de la dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, más preferiblemente dentro de dos días y más preferiblemente dentro de 24 horas. En particular, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso se pone en contacto dentro de las 12 horas después de la dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, preferiblemente dentro de las 6 horas, más preferiblemente dentro de las 4 horas, aún más preferiblemente dentro de las 2 horas y más preferiblemente dentro de 1 hora.

20

Si la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso se diluye en varias porciones, también es posible combinar o mezclar al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino en una porción de agua para la dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso antes de la adición. Después de la adición de al menos una porción de agua, que no contiene ningún carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino adicional, la porción que contiene al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se puede adicionar a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso o viceversa.

25

En el caso en el que la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) se diluya después de poner en contacto al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) con la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso que se pone en contacto a través de la Ruta IIIA, al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, por ejemplo, se puede adicionar en una porción y/o de forma continua, durante un periodo de 20 min o menos, preferiblemente, durante un periodo de 15 min o menos, más preferiblemente, durante un periodo de 10 min o menos y más preferiblemente, durante un periodo de 5 min o menos y en una modalidad especialmente preferida en una porción. De acuerdo con esta modalidad de la invención, la dilución (etapa c)) se debe llevar a cabo inmediatamente después de la adición completa de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino. El término "inmediatamente" en el sentido de la presente invención se refiere a un periodo de tiempo menor del 45 min después de la adición completa de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b), preferiblemente menos de 30 min, más preferiblemente menos de 15 min, aún más preferiblemente menos de 10 min y más preferiblemente menos de 5 min.

30

35

40

En el caso en que dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso sea procesado a través de más de una de las rutas mencionadas anteriormente, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) preferiblemente se pone en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) antes, durante y después de la dilución la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a).

45

El carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, por ejemplo, puede ser adicionado a la suspensión de carbonato de calcio disperso de la etapa a) en varias porciones y/o de forma continua, durante un periodo de 15 min o menos, preferiblemente, durante un periodo de 10 min o menos, más preferiblemente, durante un periodo de 5 min o menos. Durante dicha adición continua de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) se diluye preferiblemente en una porción y/o de forma continua, durante un periodo de tiempo, en donde dicho periodo de tiempo es más corto que el periodo de tiempo requerido para añadir al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino. Por lo tanto, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) se diluye durante el contacto de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino pero dicho contacto se terminó antes de que se completara la adición. Una vez más, una suspensión o solución de carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se puede utilizar para añadir el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino. Alternativamente, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se puede adicionar en forma sólida, por ejemplo como un polvo.

50

55

Si al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona a la suspensión de carbonato de calcio disperso de la etapa a) en varias porciones, al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino preferiblemente se adiciona en al menos tres porciones de cantidades iguales y/o desiguales. En esta modalidad de la presente invención, al menos una porción de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) antes se diluye dicha suspensión acuosa, al menos una porción de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) durante dicha suspensión acuosa se diluye y al menos una porción de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona a la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) después de que dicha suspensión acuosa ha sido diluida. De acuerdo con esta modalidad, la dilución (etapa c)) se debe llevar a cabo dentro de un periodo de tiempo menor de 45 min después de la adición de la primera porción de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b), preferiblemente menos de 30 min, más preferiblemente menos de 15 min, aún más preferiblemente menos de 10 min y más preferiblemente menos de 5 min. Preferiblemente, el carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se puede adicionar en forma sólida, por ejemplo como un polvo, o alternativamente, en la forma de una suspensión o solución. En una modalidad, al menos una porción de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se puede disolver en agua utilizada para la dilución de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a).

En una modalidad preferida, la etapa d) preferiblemente se lleva a cabo a temperaturas inferiores a 70°C, más preferiblemente por debajo de 50°C y más preferiblemente por debajo de 30°C. Sin embargo, la etapa d) preferiblemente se lleva a cabo a temperaturas por encima de 10°C y más preferiblemente por encima de 15°C. En particular, la etapa d) se lleva a cabo a temperatura ambiente, preferiblemente entre 18°C y 25°C. En otra modalidad preferida de la presente invención, la etapa d) se lleva a cabo a temperaturas entre 50°C y 70°C, más preferiblemente entre 55°C y 65°C.

En una modalidad adicional preferida, la etapa d) se lleva a cabo bajo agitación continua con el fin de poner en contacto la suspensión de carbonato de calcio disperso de la etapa a) con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) en un entorno acuoso.

Después de que la etapa d) se ha realizado, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, obtenida de esta manera preferiblemente se almacena a temperaturas entre 5°C y 90°C, más preferiblemente entre 10°C y 60°C y más preferiblemente aproximadamente a temperatura ambiente, por ejemplo, entre 18°C y 25°C.

En el caso de que la etapa d) se lleve a cabo a temperaturas entre 50°C y 70°C, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso obtenida de esta manera preferiblemente se enfría lentamente a temperatura ambiente de aproximadamente 18°C a 25°C. En particular, la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso se enfría a temperatura ambiente, durante un periodo de varias semanas, preferiblemente, durante un periodo de dos a cuatro semanas y más preferiblemente, durante un periodo de aproximadamente tres semanas. El enfriamiento de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso obtenida, preferiblemente se lleva a cabo con una velocidad constante de 1°C a 3°C por día a temperatura ambiente. En una modalidad preferida, el enfriamiento de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso obtenida, se lleva a cabo con una velocidad constante de 1.5°C a 2°C por día a temperatura ambiente.

Los recubrimientos obtenidos a partir de suspensiones diluidas acuosas de carbonato de calcio disperso obtenidas a partir de suspensiones acuosas concentradas de carbonato de calcio disperso, mediante el proceso de la presente invención son altamente opacos y, por lo tanto, permite el transporte fácil y económico de las suspensiones acuosas concentradas de carbonato de calcio disperso. Los recubrimientos resultantes de las suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso obtenidas de acuerdo con la presente invención, tienen propiedades ópticas mejoradas en comparación con los correspondientes recubrimientos preparados a partir de suspensiones que se diluyen de una manera convencional, i.e. solo con agua en ausencia de carbonatos alcalino y/o carbonatos de hidrógeno alcalino. Los recubrimientos obtenidos a partir de las suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso de la invención proveen un coeficiente de dispersión de la luz S, que es más alto en comparación con el recubrimiento correspondiente de una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso obtenida simplemente diluyendo con agua. Dicho coeficiente de dispersión de la luz S y todos los coeficientes de dispersión de la luz S relativos a la presente invención se determinan de acuerdo con el método de medición definido en este documento y en este documento se muestra a continuación en la sección de ejemplos.

En una modalidad preferida, el recubrimiento obtenido a partir de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso obtenida tiene un coeficiente de dispersión de la luz S entre 100 m²/kg y 250 m²/kg, más preferiblemente mayor que 125 m²/kg, y más preferiblemente mayor que 140 m²/kg para un peso de recubrimiento de 20 g/m².

En una modalidad preferida, el coeficiente de dispersión de la luz S del recubrimiento obtenido a partir de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso obtenida es al menos 5 m²/kg, más preferiblemente al menos 10 m²/kg, aún más preferiblemente al menos 15 m²/kg, todavía más preferiblemente al menos 20 m²/kg por encima del coeficiente de dispersión de la luz S de un recubrimiento resultante de una suspensión acuosa de carbonato de

calcio disperso correspondiente que se trata de la misma manera pero sin llevar a cabo la etapa d) para un peso de recubrimiento de 20 g/m².

5 Preferiblemente, se ajusta el coeficiente de dispersión de la luz S de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso obtenida (i.e. se obtiene el valor final o estable) dentro de un par de horas o semanas, preferiblemente dentro de 4 semanas, más preferiblemente dentro de 1 semana y más preferiblemente dentro de 24 horas después de que la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso se ha procesado de acuerdo con la etapa d).

10 Las suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso obtenidas por medio del proceso de la presente invención tienen un valor de pH en el rango de 7.5 a 12, preferiblemente un valor de pH de 8 a 11, más preferiblemente un valor de pH de 8.5 a 10.5 y más preferiblemente un valor de pH de 9 a 10.5. La viscosidad preferiblemente está en el rango entre 50 mPa·s a 800 mPa·s y más preferiblemente en el rango entre 150 mPa·s a 600 mPa·s, como se mide con un viscosímetro Brookfield DV-II a una velocidad de 100 rpm y equipado con un husillo LV-3 después de la agitación, durante cinco minutos a 2 000 rpm mediante el uso de un agitador de disco de diente que tiene un diámetro de 5 cm. En una modalidad preferida, la viscosidad de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso obtenida por medio del proceso de la presente invención es aproximadamente la misma como se mide para la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a); i.e. la viscosidad de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a).

20 El al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino de la etapa b) puede ser ofrecido preferiblemente en la forma de un aditivo medido por separado (por ejemplo en la forma de porciones o lotes singulares) de manera que la relación de concentraciones se puede ajustar individualmente dependiendo del presente problema de opacidad.

25 Las suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso obtenidas de esta manera se pueden utilizar en papel, papel tisú, plásticos o pinturas. En particular, dichas suspensiones acuosas se pueden utilizar en el campo del relleno de masa y/o recubrimiento de papel. En particular, las composiciones de recubrimiento y/o composiciones de relleno de masas de acuerdo con la invención se **caracterizan porque** contienen suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso obtenidas por medio del proceso de la presente invención y en que tienen una capacidad de dispersar la luz visible medida por el valor del coeficiente de dispersión de la luz S entre 100 m²/kg y 250 m²/kg, más preferiblemente mayor que 125 m²/kg y más preferiblemente mayor que 140 m²/kg para un peso de recubrimiento de 20 g/m². Los papeles fabricados y/o recubiertos se **caracterizan porque** contienen dichas suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso obtenidas por medio del proceso de la presente invención. Como otra ventaja, las suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso obtenidas por medio del proceso de la presente invención se pueden utilizar directamente en una aplicación de la fabricación de papel sin la eliminación de, por ejemplo, sales de hierro o compuestos coloreados.

35 Adicionalmente, los siguientes ejemplos pueden ilustrar la invención, pero no pretenden restringir la invención a las modalidades ilustradas. Los ejemplos a continuación muestran las buenas propiedades ópticas tales como opacidad de los recubrimientos resultantes de las suspensiones acuosas de carbonato de calcio disperso de acuerdo con la presente invención:

EJEMPLOS

Métodos de medición

40 Se utilizan los siguientes métodos de medición para evaluar los parámetros dados en los ejemplos y las reivindicaciones.

Coefficiente de dispersión de la luz

45 El coeficiente de dispersión de la luz "S" se midió mediante la preparación de un color de recubrimiento de papel utilizando 12 partes (en base seca) de Acronal™ S 360 D, BASF, un aglutinante de recubrimiento de papel y 88 partes (en base seca) de la suspensión de carbonato de calcio y recubiertos sobre un soporte plástico (Synteape, Argo Wiggins) en un rango de peso de recubrimiento diferente utilizando un aplicador de recubrimiento Typ Model 624 de Ericksen, 58675 Hemer, Germany.

50 El coeficiente de dispersión de la luz S se mide de acuerdo con el método descrito en US 2004/0250970, en donde la capacidad para dispersar la luz se expresa mediante el coeficiente de dispersión de la luz Kubelka-Munk, determinado por el método, bien conocido por los expertos, descrito en las publicaciones de Kubelka and Munk (Zeitschrift für Technische Physik 12, 539, (1931)), y de Kubelka (J. Optical Soc. Am. 38(5), 448, (1948) y J. Optical Soc. Am. 44(4), 330, (1954)). El coeficiente de dispersión de la luz S es citado como el valor interpolado a 20 g/m².

Viscosidad Brookfield

La viscosidad Brookfield de una suspensión se determinó con un viscosímetro Brookfield tipo RVT equipado con un husillo LV-3 a una velocidad de 100 rpm y temperatura ambiente (20 ± 3 °C) después de la agitación, durante cinco minutos a 2 000 rpm mediante el uso de un agitador de disco de diente que tiene un diámetro de 5 cm.

Peso molecular de un material

- 5 Todos los pesos moleculares (M_w) promedio ponderados, pesos moleculares medios numerados (M_n) y las correspondientes polidispersidades de polímeros se miden como 100 % molar de sal de sodio a pH 8 de acuerdo con un método de Cromatografía de Permeación en Gel (GPC) acuosa calibrada con una serie de cinco estándares de poliácido de sodio suministrados por Polymer Standard Service con las referencias PSS-PAA 18 K, PSS-PAA 8K, PSS-PAA 5K, PSS-PAA 4K y PSS-PAA 3K.

10 Área de superficie específica BET de un material

El Área de superficie específica BET se mide a través del método BET de acuerdo con ISO 9277 utilizando nitrógeno, después del acondicionamiento de la muestra por el calentamiento a 250°C, durante un periodo de 30 minutos. Antes de tales mediciones, la muestra se filtra, se enjuaga y seca a 110°C en un horno, durante al menos 12 horas.

15 Distribución del tamaño de partícula (% de masa de las partículas con un diámetro < X) y peso de diámetro medio (d_{50}) de un material particulado

El peso del diámetro de grano y la distribución de masa del diámetro de grano de un material particulado se determinan a través del método de sedimentación, i.e. un análisis de comportamiento de sedimentación en un campo gravitacional. La medición se hace con un Sedigraph™ 5120.

- 20 El método y el instrumento se conocen por el experto y se utilizan comúnmente para determinar el tamaño de grano de cargas y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una solución acuosa de 0.1 % en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras se dispersaron utilizando un agitador de alta velocidad y ultrasonido.

pH de una suspensión acuosa

El pH de la suspensión acuosa se mide utilizando un medidor de pH estándar a aproximadamente 22°C.

25 Contenido de sólidos de una suspensión acuosa

El contenido de sólidos de la suspensión (también conocido como "peso seco") se determina utilizando un Analizador de Humedad HR73 comercializado por Mettler-Toledo, Suiza con los siguientes parámetros: temperatura de 120°C, apagado automático 3, secado estándar, 5-20 g de suspensión.

Procedimiento de titulación de polielectrolitos (PET)

- 30 El contenido de polielectrolitos en la suspensión acuosa se determina utilizando un Memotitrator Mettler DL 55 equipado con un Photrode DP 660 comercializado por Mettler-Toledo, Suiza. Las mediciones del contenido de polielectrolitos se realizó pesando una muestra de la suspensión de carbonato de calcio en un recipiente de titulación y la dilución de dicha muestra con agua desionizada hasta un volumen de aproximadamente 40 ml. Posteriormente, se adicionan 10 ml de poli(N,N-dimetil-3,5-dimetileno-piperidinio cloruro) catiónico 0.01 M (PDDPC; obtenido de ACROS Organics, Bélgica), lentamente con agitación en el recipiente de titulación en 5 min., y luego el contenido del recipiente se agita por otros 20 min. Después se filtra la suspensión a través de un filtro de membrana de mezcla de ésteres de 0.2 μm (\varnothing 47 mm) y se lava con 5 ml de agua desionizada. El filtrado obtenido de esta manera se diluye con 5 ml de solución reguladora de fosfato pH 7 (Riedel-de Haën, Germany) y luego se adiciona lentamente 0.01 M de una solución de polivinilsulfato de potasio (KPVs; obtenido de SERVA Feinbiochemica, Heidelberg) al filtrado para titular el exceso de reactivo catiónico. El punto final de la titulación se detecta por un Photrode DP660, el cual antes de dicha medición, se ajusta a 1200 a 1400 mV en agua desionizada. El cálculo de carga se lleva a cabo de acuerdo con la siguiente evaluación:

$$Q_{atro} = \frac{((V_{PDDPC} * t_{PDDC}) - V_{KPVS}) * (-1000)}{E_P * Fk} \quad [\mu\text{Val/g}]$$

$$w_{atro} = \frac{Q_{atro}}{K_{DM} * 100} \quad [\%]$$

Cálculo del peso de muestra óptimo:

$$E_P = \frac{60}{w_{DM} * K_{DM} * Fk}$$

Cálculo de peso de muestra adaptado para 4 ml de consumo:

$$E_{4ml} = \frac{E_1 * 6}{(10 - V_{KPVS,1})}$$

5

Abreviaturas

E_P = peso de muestra [g]

w_{DM} = Contenido del agente de dispersión en [%]

K_{DM} = Constante del agente de dispersión [mVal / 0.1 mg agente dispersante]

10 Fk = Contenido de sólidos [%]

V_{PDDPC} = Volumen PDDPC [ml]

V_{KPVS} = Volumen KPVS [ml]

t_{PDDPC} = Título PDDPC

E_{DM} = Peso del agente de dispersión [mg]

15 Q = Carga [mVal/g]

w_{atro} = Contenido del agente de dispersión atro [%]

E_1 = Peso de la muestra del experimento para ser optimizado [g]

$V_{KPVS,1}$ = consumo experimental KPVS [ml] del experimento para ser optimizado

Ejemplo 1

20 Los siguientes ejemplos ilustrativos de la invención implican la preparación de carbonato de calcio natural molido de origen Noruego que tiene un d_{50} de 0.8 μm , poniendo en contacto la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con carbonato de sodio y la dilución de dicha suspensión en comparación con la dilución de la misma suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso sin la adición de ningún carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino (técnica anterior).

25 Suspensión acuosa de carbonato de calcio 1A

Rocas de mármol Noruegas de la región de Molde, Noruega que tienen un diámetro de 10 - 300 mm se muelen de forma autógena (i.e. en ausencia de medios de molienda) a una finura de un d_{50} en el rango de 42 - 48 μm .

5 Este mineral se muele por vía húmeda a 10 - 15 % en peso del contenido de sólidos en agua del grifo en un molino attritor vertical (Dynamill) en un modo de recirculación sin la adición de aditivos, tales como auxiliares de dispersión y/o molienda a una finura hasta 74 % en peso de la partícula que tiene un diámetro < 1 µm y 12 % en peso de la partícula que tiene un diámetro < 0.2 µm. Después de la molienda el producto tiene un diámetro medio d_{50} de 0.61 µm y un área de superficie específica de 10.2 m²/g.

El mineral obtenido además se concentra térmicamente en un evaporador a un contenido final de carbonato de calcio de 75 % en peso y adicionalmente se utiliza 0.45 % en peso de poliacrilato de sodio (Mw 6 000) y 0.25 % en peso de hidrógeno fosfato de sodio como agente dispersante.

10 Las muestras se tomaron, durante la concentración térmica y se midió el coeficiente de dispersión de la luz S de estas muestras.

La siguiente Tabla 1 muestra las propiedades de las muestras tomadas de dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y el correspondiente contenido de carbonato de calcio de la suspensión y el color de recubrimiento y sus coeficientes de dispersión de la luz:

Muestra	Contenido de sólidos de la suspensión en % en peso	Contenido de sólidos del color del recubrimiento en % en peso	S a 20 g/m ² peso del recubrimiento en m ² /kg	Polielectrolito en agua en µVal/ml
1	10.0	7	225.0	
2	55.4	54	199.5	
3	65.2	60	194.3	
4	69.1	60	177.4	
5	72.3	60	167.0	- 35
6	73.8	60	140.5	
7	75.5	60	125.8	

15 El color del recubrimiento se prepara a partir de la correspondiente suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y comprende además los agentes de enlace como se esquematiza en los métodos de medición descritos anteriormente.

Suspensión acuosa de carbonato de calcio 1B (técnica anterior)

20 La suspensión de la Muestra 5 se diluyó de nuevo, utilizando agua destilada a 62.0 % en peso del contenido de carbonato de calcio y se almacenó. Después de tres semanas se determinó el coeficiente de dispersión de la luz S. La siguiente Tabla 2 muestra las propiedades de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y el correspondiente contenido de carbonato de calcio de la suspensión y el color de recubrimiento y su coeficiente de dispersión de la luz:

Contenido de sólidos de la suspensión en % en peso	Contenido de sólidos del color del recubrimiento en % en peso	S a 20 g/m ² peso del recubrimiento en m ² /kg	Polielectrolito en agua en µVal/ml
62	60	167.0	- 21

25 Suspensión acuosa de carbonato de calcio 1C (Invención)

La suspensión de la muestra 5 se diluyó a un contenido de carbonato de calcio del 62 % en peso, utilizando agua destilada. A continuación, se adicionó el 1.0 % en peso de carbonato de sodio en relación con el contenido de carbonato de calcio en la suspensión y almacenó. Después de tres semanas se determinó el valor S. La siguiente Tabla 3, muestra las propiedades de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y el correspondiente

contenido de carbonato de calcio de la suspensión y el color de recubrimiento y su coeficiente de dispersión de la luz:

Contenido de sólidos de la suspensión en % en peso	Contenido de sólidos del color del recubrimiento en % en peso	S a 20 g/m ² peso del recubrimiento en m ² /kg	Polielectrolito en agua en µVal/ml
62	60	178.0	- 54

Ejemplo 2

- 5 Los siguientes ejemplos ilustrativos de la invención implican la preparación de carbonato de calcio natural molido de origen Noruego que tiene un d_{50} de 0.8 mm, poniendo en contacto la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con carbonato de potasio y la dilución de dicha suspensión en comparación con la dilución de la misma suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso sin la adición de ningún carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino (técnica anterior).

10 Suspensión acuosa de carbonato de calcio 2A

En una primera etapa, las Rocas de mármol de origen Noruego de la región de Molde, Noruega que tienen un diámetro de 10 mm a 300 mm se muelen de forma autógena (i.e. en ausencia de medios de molienda) a una finura de un d_{50} en el rango de 42 µm a 48 µm.

- 15 El carbonato de calcio obtenido se muele por vía húmeda en agua del grifo a un contenido de carbonato de calcio de 10 - 15 % en peso en un molino attritor vertical (Dynomill) en un modo de recirculación sin la adición de aditivos, tales como auxiliares de dispersión y/o de molienda a una finura hasta 60 % en peso de las partículas que tienen un diámetro < 1 µm y 7 % en peso de las partículas que tienen un diámetro < 0.2 µm. Después de la molienda el producto tiene un diámetro medio d_{50} de 0.81 µm y una superficie específica de 6.1 m²/g.

Suspensión acuosa de carbonato de calcio 2B (técnica anterior)

- 20 La suspensión acuosa de carbonato de calcio 2A se concentra mecánicamente, mediante una prensa de filtro a un contenido final de carbonato de calcio de 72.8 % en peso de sólidos y se dispersa con la agitación mediante la adición de 0.38 % en peso de sal de sodio de copolímero ácido poliacrílico / ácido maleico 1:1 molar (Mw 12 000), como agente dispersante. Después de seis horas se determinó el valor S. La siguiente Tabla 4 muestra las propiedades de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y el correspondiente contenido de carbonato de calcio de la suspensión y el color de recubrimiento y su coeficiente de dispersión de la luz:

Contenido de sólidos de la suspensión en % en peso	Contenido de sólidos del color del recubrimiento en % en peso	S a 20 g/m ² peso del recubrimiento en m ² /kg
72.8	63.0	133.0

Suspensión acuosa de carbonato de calcio 2C (técnica anterior)

- 30 La suspensión acuosa de carbonato de calcio 2A se concentra mecánicamente, mediante una prensa de filtro a un contenido final de carbonato de calcio de 65.0 % en peso de sólidos y se dispersa con agitación, mediante la adición de 0.38 % en peso de sal de sodio de copolímero ácido poliacrílico / ácido maleico 1:1 molar (Mw 12 000), como agente dispersante. Después de seis horas, se determinó el valor S. La siguiente Tabla 5 muestra las propiedades de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y el correspondiente contenido de carbonato de calcio de la suspensión y el color de recubrimiento y su coeficiente de dispersión de la luz:

Contenido de sólidos de la suspensión en % en peso	Contenido de sólidos del color del recubrimiento en % en peso	S a 20 g/m ² peso del recubrimiento en m ² /kg
65.0	63.0	149.0

Suspensión acuosa de carbonato de calcio 2D (invención)

5 La suspensión acuosa de carbonato de calcio 2A se concentra mecánicamente, mediante una prensa de filtro a un contenido final de carbonato de calcio de 72.8 % en peso de sólidos y se dispersa con agitación, mediante la adición de 0.38 % en peso de sal de sodio de copolímero ácido poliacrílico / ácido maleico 1:1 molar (Mw 12 000), como agente dispersante. Adicionalmente, la suspensión concentrada acuosa de carbonato de calcio se diluye mediante el uso de agua destilada a un contenido final de carbonato de calcio de 65.6 % en peso de sólidos y se pone en contacto con 0.5 % en peso de carbonato de potasio, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso. Después de seis horas, se determinó el valor S. La siguiente Tabla 6 muestra las propiedades de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y el correspondiente contenido de carbonato de calcio de la suspensión y el color de recubrimiento y su coeficiente de dispersión de la luz:

10

Contenido de sólidos de la suspensión en % en peso	Contenido de sólidos del color del recubrimiento en % en peso	S a 20 g/m ² peso del recubrimiento en m ² /kg
65.6	63.5	141.0

Suspensión acuosa de carbonato de calcio 2E (invención)

15 La suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso 2D, adicionalmente se almacenó por otros 9 días y se determinó el valor S después de este periodo. La siguiente Tabla 7 muestra las propiedades de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso y el correspondiente contenido de carbonato de calcio de la suspensión y el color de recubrimiento y su coeficiente de dispersión de la luz:

Contenido de sólidos de la suspensión en % en peso	Contenido de sólidos del color del recubrimiento en % en peso	S a 20 g/m ² peso del recubrimiento en m ² /kg
65.6	63.5	137.0

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparación de una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, que provee propiedades ópticas mejoradas para los recubrimientos preparados a partir de la misma, el proceso que comprende las etapas de:
- 5 a) proveer una suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso que comprende al menos un agente dispersante; en donde la suspensión acuosa tiene un contenido de sólidos entre 65 y 80 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa
- b) proveer al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, en donde el ión alcalino se selecciona de potasio y/o sodio;
- 10 c) diluir la dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, con agua; y
- d) antes y/o durante y/o después de la etapa c), poner en contacto dicha suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso con dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino, en donde la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso después de la etapa d) tiene un valor de pH en el rango de 7.5 a 12.
- 15 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, proporcionada en la etapa a) tiene un contenido de sólidos entre 68 % en peso y 78 % en peso y más preferiblemente entre 70 % en peso y 78 % en peso, basándose en el peso total de la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a).
- 20 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se selecciona del grupo que consiste de carbonato de sodio, carbonato de potasio, bicarbonato de sodio, bicarbonato de potasio o mezclas de estos.
4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 3, **caracterizado porque** dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino es el carbonato de sodio y/o el carbonato de potasio.
- 25 5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** dicho al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona en una cantidad de 0.001 % en peso y 5 % en peso, preferiblemente entre 0.025 % en peso y 2 % en peso, más preferiblemente entre 0.05 % en peso y 1 % en peso y más preferiblemente entre 0.1 % en peso y 0.5 % en peso, basándose en el peso seco del carbonato de calcio en la suspensión de la etapa a).
- 30 6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, en primer lugar se diluye (etapa c)) y luego se pone en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino (etapa d)).
7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, se diluye de forma simultánea (etapa c)) y se pone en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino (etapa d)).
- 35 8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso se diluye (etapa c)) inmediatamente después de estar en contacto con al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino (etapa d)), preferiblemente dentro de menos de 45 min después de la adición completa de al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino.
- 40 9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado porque** la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso, se diluye en una o más porciones y al menos un carbonato alcalino y/o carbonato de hidrógeno alcalino se adiciona en una o más porciones.
10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso comprende al menos un agente dispersante que se selecciona a partir del grupo que consiste de un agente dispersante orgánico, un agente dispersante inorgánico y mezclas de estos.
- 45 11. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10, **caracterizado porque** el agente dispersante orgánico comprende un polímero acrílico, un polímero vinílico, un copolímero acrílico y/o vinílico y el agente dispersante inorgánico comprende ortofosfato mono-, di y/o trisódico, tripolifosfato de sodio y/o polifosfato de sodio.

12. El proceso de acuerdo con la reivindicación 10 o 11, **caracterizado porque** los sitios ácidos de al menos un agente dispersante orgánico se neutralizan parcial o completamente por el sodio.
- 5 13. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado porque** la suspensión acuosa de carbonato de calcio disperso de la etapa a) se obtiene por medio de la concentración de una suspensión acuosa de carbonato de calcio.
14. El proceso de acuerdo con la reivindicación 13, **caracterizado porque** el agente dispersante se adiciona antes de la etapa de concentración.
15. El proceso de acuerdo con la reivindicación 13, **caracterizado porque** el agente dispersante se adiciona después de la etapa de concentración.
- 10 16. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 a 15, **caracterizado porque** el carbonato de calcio en la suspensión acuosa se muele antes de la etapa de concentración.