

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 536 787**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

D21H 17/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.08.2011 E 11179604 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2015 EP 2565237**

54 Título: **Proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.05.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

GANTENBEIN, DANIEL;
SCHOELKOPF, JOACHIM y
GANE, PATRICK A. C.

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 536 787 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes

La invención se relaciona con un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, con una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes así como también con un producto de papel que comprende partículas de pigmentos autoaglutinantes y con el uso de la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes como material de relleno.

Los materiales minerales y aglutinantes están entre los principales constituyentes utilizados en la fabricación de numerosos productos tales como pinturas, papel y materiales plásticos. Allí, los materiales minerales tales como carbonato de calcio y otros materiales en partículas aportan propiedades mecánicas y ópticas, mientras que el aglutinante, en general a base de látex y en forma de suspensiones o dispersiones acuosas, proporciona la adhesión y cohesión necesaria de los respectivos constituyentes del producto final que se va a producir.

Con el fin de evitar las dificultades logísticas de manejar materiales minerales y aglutinantes por separado, y evitar adicionalmente las interacciones físicas y químicas indeseables desarrolladas en mezclas comparables de materiales minerales y aglutinantes, se han desarrollado partículas de pigmentos autoaglutinantes y son conocidas en la industria. En este sentido, las partículas de pigmentos autoaglutinantes que contribuyen tanto con las propiedades del material mineral como con las del aglutinante se pueden implementar directamente en una variedad de aplicaciones. Este producto único denominado partículas de pigmentos autoaglutinantes se relaciona con partículas sólidas, distintas, formadas de material mineral y aglutinante que se unen íntimamente entre sí. Las fuerzas de cohesión internas son tales que proporcionan una excelente estabilidad mecánica a las partículas de pigmentos autoaglutinantes.

Las partículas de pigmentos autoaglutinantes se preparan mediante un proceso que implementa por lo menos una etapa de trituración de los materiales minerales en presencia de aglutinante, donde la trituración se relaciona con una operación que lleva una reducción en el tamaño de partícula; los materiales minerales en las partículas de pigmentos autoaglutinantes tienen un diámetro menor que el material mineral inicial utilizado para producirlas. Dichas partículas de pigmentos autoaglutinantes se describen en una serie de documentos, que incluyen los documentos WO 2006/008657, WO 2006/128814, y WO 2008/139292.

Sin embargo, aún subsiste la necesidad en la técnica de un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes que resolvería uno o varios de los siguientes problemas técnicos multifacéticos:

- preparar una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes que resulta en un recubrimiento de papel con un contenido de aglutinante que está por debajo del contenido de aglutinante de látex utilizado normalmente en la preparación de dichos recubrimientos de papel;
- preparar una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes que permite provisión de un material de relleno para productos de papel de tal manera que el producto de papel tenga un índice de tracción suficiente, preferiblemente un índice de tracción de por lo menos 10 Nm/g;
- preparar una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes de tal manera que se reduzca el contenido de componentes a base de recursos fósiles en la suspensión obtenida, es decir la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes comprende un aglutinante que se obtiene de recursos renovables;
- preparar una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes de tal manera que la suspensión obtenida proporciona una biodegradabilidad más alta que una suspensión correspondiente preparada con aglutinante a base de látex normalmente utilizado en la preparación de dicha suspensión;
- preparar una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes que tenga una estabilidad microbiológica suficiente de tal manera que se retrasa el ensuciamiento de la suspensión obtenida y los productos finales preparados a partir de dicha suspensión;
- preparar una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes que contiene menos materiales pegajosos de tal manera que se observan menos depósitos en el equipamiento utilizado durante la preparación, almacenamiento y aplicación de la suspensión, es decir una suspensión que proporciona un mejor manejo.

Subsiste la necesidad continua de mejorar los procesos para la preparación de suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes que abordan los problemas técnicos anteriores y especialmente permitan reducir el contenido de aglutinante a base de látex polimérico en dichas suspensiones.

De acuerdo con lo anterior, es un objeto de la presente invención proporcionar un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes que tengan un contenido reducido de aglutinante a base de látex. Un objetivo adicional es proporcionar un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes de tal manera que un producto de papel preparado a partir de dicha suspensión ofrece un índice de tracción de por lo menos 10 Nm/g. Incluso un objetivo adicional es proporcionar un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes que tengan un contenido reducido de componentes a base de recursos fósiles. Aún otro objetivo adicional es proporcionar un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes

que tengan un aumento de biodegradabilidad en comparación con una suspensión preparada con un aglutinante de látex. Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes que proporcionan una estabilidad microbiológica suficiente. Un objetivo adicional es proporcionar un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes que se puede llevar a cabo bajo condiciones de costos menores, es decir al evitar materias primas de alto costo y/o etapas de limpieza intensivas. Se pueden deducir objetivos adicionales a partir de la siguiente descripción de la invención.

Aunque el Solicitante sabe que una solución de la Solicitud de Patente Europea no publicada Número 11 160900,4 que describe un proceso para preparar partículas de pigmentos autoaglutinantes comprende las etapas de: a) proporcionar una suspensión acuosa de pigmento mineral, b) proporcionar por lo menos un aglutinante polimérico, en donde el aglutinante comprende por lo menos una carboximetilcelulosa que tiene un grado de carboxilación en el rango de 0,4 a 2.0 y que tiene una viscosidad intrínseca en el rango de 3 a 300 ml/g, c) mezclar el aglutinante de la etapa b) con la suspensión de materiales de pigmentos minerales acuosos de la etapa a) y ajustar el contenido de sólidos de la suspensión obtenida de tal manera que sea de 45 a 80% en peso, con base en el peso total de la suspensión, y d) triturar la suspensión acuosa de materiales minerales de la etapa c), y la Solicitud de Patente Europea no publicada Número 11 160926.9 que describe un proceso para preparar partículas de pigmentos autoaglutinantes que comprenden las etapas de: a) proporcionar una suspensión acuosa de pigmento mineral, b) proporcionar por lo menos un aglutinante polimérico, en donde el aglutinante comprende por lo menos un polisacárido modificado que tiene un grado de carboxilación en el rango de 0,4 a 2,0 y con una viscosidad intrínseca en el rango de 3 a 300 ml/g, en donde el carbono del aglutinante muestra una velocidad de transformación nuclear de ^{14}C a ^{12}C de entre 900 y 920 transformaciones por hora y por gramo de carbono en el aglutinante; c) mezclar el aglutinante de la etapa b) con la suspensión acuosa de pigmentos de materiales minerales de la etapa a) y ajustar el contenido de sólidos de la suspensión obtenida de tal manera que sea de 45 a 80% en peso, con base en el peso total de la suspensión, y d) triturar la suspensión acuosa de materiales minerales de la etapa c) hasta la fracción de partículas de pigmentos autoaglutinantes que tiene un tamaño de partícula de menos de 1 μm sea mayor del 5% en peso, con base en el peso total de las partículas de pigmento, los objetivos anteriores, y otros objetivos, se resuelven por la materia como se define aquí en la presente invención. El documento US 5,384,013 A se relaciona con un agente de dispersión, y un adhesivo; caracterizado porque dicho agente de dispersión comprende por lo menos 45% en peso de un pigmento en partículas disperso con un agente de dispersión, y un adhesivo; caracterizado porque dicho agente de dispersión comprende un polielectrolito aniónico y un polielectrolito catiónico, el polielectrolito catiónico está presente en una cantidad suficiente para hacer que las partículas catiónicas, en las que dicho adhesivo es un adhesivo catiónico o no iónico y en la que dicho pigmento en partículas es uno que no es capaz de ser disperso en agua en alto contenido de sólidos, y luego mezclar vigorosamente, en presencia únicamente de dicho polielectrolito catiónico. El documento US 2,949,397 A se relaciona con un agente de carga o relleno adaptado para uso en la fabricación de papel. El documento US 2010/0197905 A1 se relaciona con polímeros de polisacárido modificados para uso como anti-sellante y dispersante.

De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, en donde el proceso comprende las etapas de:

- a) proporcionar una suspensión acuosa de materiales de pigmentos,
- b) proporcionar por lo menos un aglutinante polimérico, en donde el aglutinante comprende por lo menos un polisacárido que comprende unidades de galactosa y/o manosa,
- c) mezclar el aglutinante polimérico de la etapa b) con la suspensión acuosa de materiales de pigmentos de la etapa a); y
- d) triturar la suspensión acuosa de materiales de pigmentos de la etapa c).

en donde en la etapa c) el aglutinante se agrega a la suspensión acuosa de material de pigmento en una cantidad desde 0,1% y 10% en peso, con base en el peso total de la suspensión de material de pigmento.

Los inventores encontraron de forma sorprendente que el proceso anterior de acuerdo con la presente invención lleva a suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes que proporcionan un contenido reducido de aglutinante así como de materiales adhesivos y de componentes con base en recursos fósiles, una estabilidad microbiana y biodegradabilidad suficientes, e imparte un índice de tracción de por lo menos 10 Nm/g a productos de papel preparados a partir de dicha suspensión. Más precisamente, los inventores encontraron que las propiedades de una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes se pueden mejorar mediante la adición de un polisacárido definido que comprende unidades de galactosa y/o manosa como aglutinante.

Se debe entender que para los propósitos de la presente invención, los siguientes términos tienen el siguiente contexto:

El término suspensión acuosa de "material de pigmento", dentro del contexto de la presente invención, abarca materiales naturales y/o sintéticos, tales como carbonato de calcio, talco, tiza, dolomita, mica, dióxido de titanio, etc.

El término "suspensión" acuosa de material de pigmento, dentro del contexto de la presente invención, comprende sólidos insolubles y agua, y opcionalmente aditivos adicionales, y usualmente contiene grandes cantidades de sólidos y, por lo tanto, es más viscosa y de manera general de mayor densidad que el líquido del cual se forma.

5 El término "aglutinante" como se utiliza en la presente invención es un compuesto que se utiliza de manera convencional para unir entre sí dos o más materiales diferentes en mezclas. Sin embargo, en el proceso de la presente invención, el aglutinante tiene un efecto distinto al de la agregación, a saber, el efecto de mejorar el índice de tracción de los productos preparados a partir de suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes.

10 El término "polisacárido que comprende unidades de galactosa y/o manosa", en el contexto de la presente invención, se refiere a estructuras poliméricas de carbohidratos, formadas por una pluralidad de unidades de galactosa y/o manosa unidas entre sí por enlaces glucosídicos. Estas estructuras a menudo son lineales, pero pueden contener diversos grados de ramificación.

Otro aspecto de la presente invención se relaciona con una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes que se obtiene con el proceso.

15 Un aspecto adicional de la presente invención se relaciona con un producto de papel que comprende partículas de pigmentos autoaglutinantes, en donde las partículas de pigmento se recubren por lo menos parcialmente con por lo menos un polisacárido que comprende unidades de galactosa y/ o manosa. Se prefiere que el producto de papel tenga un índice de tracción de por lo menos 10 Nm/g, preferiblemente por lo menos 15 Nm/g, más preferiblemente por lo menos 20 Nm/g, y aún más preferiblemente por lo menos 22 Nm/g, a una carga de relleno de 20% en peso.

20 Aún otro aspecto de la presente invención se refiere al uso de la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes como material de relleno. Se prefiere que el material de relleno se utilice en aplicaciones con papel, plásticos, pintura, concreto y/o agricultura. Se prefiere adicionalmente que la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes se utilice en proceso final húmedo de una máquina para papel, en aplicaciones de papel para cigarrillos y/o recubrimientos, o como un soporte en impresiones por rotograbado y/u offset y/o digitales. También se prefiere que la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes se utilice para reducir la exposición a luz solar y UV de las
25 hojas de las plantas.

Cuando en lo siguiente se haga referencia a las realizaciones preferidas o a detalles técnicos del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, se debe entender que estas realizaciones preferidas y los detalles técnicos también se refieren a la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes de la invención, al producto de papel de la invención que comprende un material de pigmento así como
30 al uso de la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes definida aquí y viceversa (según sea aplicable). Si, por ejemplo, se establece que la suspensión acuosa de materiales de pigmentos proporcionada en el proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes comprende un material de pigmentos seleccionado del grupo que comprende carbonato de calcio, minerales que contienen carbonato de calcio, rellenos a base de carbonatos mezclados, o mezclas de estos, también la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes de la
35 invención, el producto de papel de la invención que comprende un material de pigmento, así como el uso de la suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes, preferiblemente comprenden un material de pigmento seleccionado del grupo que comprende carbonato de calcio, minerales que contienen carbonato de calcio, rellenos a base de carbonatos mezclados, o mezclas de estos.

40 De acuerdo con una realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, la suspensión de materiales de pigmento de la etapa a) comprende un material de pigmento seleccionado del grupo que comprende carbonato de calcio, minerales que contienen carbonato de calcio, rellenos a base de carbonatos mezclados, o mezclas de estos, y en donde los minerales que contienen carbonato de calcio preferiblemente comprenden dolomita, y los rellenos a base de carbonatos mezclados preferiblemente se
45 seleccionan de calcio asociado con magnesio, arcilla, talco, mezclas de carbonato de calcio y talco, mezclas de carbonato de calcio y caolín, o mezclas de carbonato de calcio natural con hidróxido de aluminio, mica o con fibras sintéticas o naturales o coestructuras de minerales, preferiblemente coestructuras de carbonato de calcio y talco o dióxido de titanio y talco o carbonato de calcio-dióxido de titanio.

De acuerdo con otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el carbonato de calcio es un carbonato de calcio natural triturado, un carbonato de calcio precipitado, un carbonato de calcio modificado, o una mezcla de estos.
50

De acuerdo con aún otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el aglutinante de la etapa b) comprende por lo menos un polisacárido que comprende unidades de galactosa y manosa.

- De acuerdo con una realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el aglutinante de la etapa b) comprende un derivado catiónico del por lo menos un polisacárido.
- 5 De acuerdo con otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el aglutinante de la etapa b) comprende por lo menos un polisacárido que comprende una cadena lineal de unidades de 1,4-ligada β -D-manopiranosilo, preferiblemente la cadena lineal de unidades de 1,4-ligada β -D-manopiranosilo es 1,6-ligada con unidades de α -D-galactopiranosilo.
- 10 De acuerdo con otra realización preferida adicional del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el aglutinante de la etapa b) comprende por lo menos un polisacárido con una relación de unidades de manosa a unidades de galactosa de 6:1 a 1:1, preferiblemente de 5:1 a 1:1, más preferiblemente de 4:1 a 1:1, y mucho más preferiblemente de 3:1 a 1:1.
- De acuerdo con una realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el aglutinante de la etapa b) está en la forma de una solución hidrocoloidal o un material seco, preferiblemente en forma de una solución hidrocoloidal.
- 15 De acuerdo con otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el aglutinante de la etapa b) está en la forma de una solución hidrocoloidal que tiene una concentración de aglutinante de 0.05% en peso a 10% en peso, preferiblemente de 0,1% en peso a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1% en peso a 2% en peso, y aún más preferiblemente de 0,1% en peso a 1% en peso, con base en el peso total de la solución.
- 20 De acuerdo con aún otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el aglutinante en la etapa c) se agrega a la suspensión acuosa de materiales de pigmentos en una cantidad de 0,1% en peso a 2% en peso, y aún más preferiblemente de 0,25% en peso a 1% en peso con base en el peso total de la suspensión de material de pigmento.
- 25 De acuerdo con una realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el contenido de sólidos en la etapa c) se ajusta de tal manera que sea de por lo menos 1% en peso, preferiblemente de 1% en peso a 80% en peso, más preferiblemente de 5% en peso a 60% en peso, incluso más preferiblemente de 10% en peso a 50% en peso, y aún más preferiblemente de 15% en peso a 45% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.
- 30 De acuerdo con otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, la etapa de trituración d) se lleva a cabo durante y/o después de la etapa c), preferiblemente después de la etapa c) .
- De acuerdo con aún otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, la etapa de trituración d) se lleva a cabo a una temperatura de 10° C a 110° C, preferiblemente de 20° C a 60° C, y mucho más preferiblemente de 20° C a 45° C.
- 35 De acuerdo con una realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, la etapa de trituración d) se lleva a cabo hasta que la fracción de partículas de pigmentos autoaglutinantes que tienen un tamaño de partícula de menos de 1 μ m es mayor al 5% en peso, preferiblemente mayor al 20% en peso, más preferiblemente mayor al 40% en peso, más preferiblemente mayor al 50% en peso, y aún más preferiblemente mayor al 60% en peso, con relación al peso total de las partículas de pigmento.
- 40 De acuerdo con otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, la etapa de trituración d) se lleva a cabo en tandas o en forma continua, preferiblemente en forma continua.
- 45 De acuerdo con aún otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, el proceso comprende adicionalmente la etapa e) de concentrar la suspensión de materiales de pigmento obtenida de tal manera que el contenido de sólidos en la suspensión sea de por lo menos 45% en peso, preferiblemente de 45% en peso a 80% en peso, más preferiblemente de 50% en peso a 80% en peso, incluso más preferiblemente de 60% en peso a 79% en peso, y mucho más preferiblemente de 65% en peso a 78% en peso, con base en el peso total de la suspensión de materiales de pigmento.
- 50 De acuerdo con una realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, la etapa de concentración e) se lleva a cabo antes o después de la etapa d) .

De acuerdo con otra realización preferida del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes, antes o durante o después de la etapa c) y/o la etapa d), se agrega un agente de dispersión.

5 Como se estableció anteriormente, el proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes comprende las etapas a), b), c) y d). En lo siguiente, se hace referencia a detalles adicionales de la presente invención y especialmente a las etapas anteriores del proceso de la invención para preparar suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes.

Etapa a): Provisión de una suspensión acuosa de materiales de pigmentos

De acuerdo con la etapa a) del proceso de la presente invención, se proporciona una suspensión acuosa de materiales de pigmentos.

10 La suspensión acuosa de materiales de pigmentos se obtiene al mezclar una suspensión de material de pigmento en partículas con agua. El material de pigmento a ser procesado de acuerdo con el proceso de la invención se puede seleccionar entre carbonato de calcio, minerales que contienen carbonato de calcio, rellenos a base de carbonatos mezclados, o mezclas de estos.

15 De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, el material de pigmento es un carbonato de calcio. El carbonato de calcio puede ser un carbonato de calcio natural triturado, llamado también carbonato de calcio pesado, un carbonato de calcio precipitado, llamado también carbonato de calcio liviano, un carbonato de calcio modificado, o una mezcla de estos.

20 "Carbonato de calcio natural triturado" (GNCC por sus siglas en inglés), en el contexto de la presente invención, es un carbonato de calcio obtenido a partir de fuentes naturales, tales como piedra caliza, mármol, tiza, y mezclas de estos, y procesado a través de un tratamiento húmedo y/o seco tal como trituración, tamizado y/o fraccionamiento, por ejemplo mediante ciclón o clasificador.

25 "Carbonato de calcio modificado" (MCC por sus siglas en inglés), en el contexto de la presente invención, puede aludir a un carbonato de calcio natural triturado o precipitado, con una modificación de la estructura interna, o un producto de las reacciones en superficie. De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, el carbonato de calcio modificado es un carbonato de calcio que reacciona en superficie.

30 "Carbonato de calcio precipitado" (PCC por sus siglas en inglés), en el contexto de la presente invención, es un material sintetizado, obtenido en general mediante precipitación luego de la reacción de dióxido de carbono y piedra caliza en un medio acuoso o mediante precipitación de una fuente de calcio y carbonato en agua o mediante precipitación de iones de calcio y carbonato, por ejemplo CaCl_2 y Na_2CO_3 , fuera de solución. El carbonato de calcio precipitado existe en tres formas cristalinas primarias: calcita, aragonita y vaterita, y existen muchos polimorfos diferentes (hábitos cristalinos) para cada una de estas formas cristalinas. La calcita tiene una estructura trigonal con hábitos cristalinos típicos tales como escalenoedro (S-PCC), romboedro (R-PCC), prismático hexagonal, pinacoidal, coloidal (C-PCC), cúbico, y prismático (p-PCC). La aragonita es una estructura ortorrómbica con hábitos cristalinos típicos, de cristales prismáticos hexagonales gemelos, así como una selección diversa de cristales en forma de prismáticos biselados, de pirámide empinada, de hoja curva, delgados y alargados, de forma de árbol ramificado, y de coralina o agusanados.

En una realización preferida del proceso de la invención, el material de pigmento comprende una mezcla de carbonato de calcio natural triturado, un carbonato de calcio precipitado o un carbonato de calcio modificado. Por ejemplo, si el material de pigmento comprende una mezcla de carbonato de calcio natural triturado, el material de pigmento comprende una mezcla de por lo menos dos materiales de pigmento seleccionados entre piedra caliza, mármol y tiza.

40 De acuerdo con una realización de la presente invención, el mineral que contiene carbonato de calcio comprende dolomita.

45 De acuerdo con una realización preferida, los rellenos a base de carbonatos mezclados se seleccionan de calcio asociado con magnesio y análogos o derivados, materias diversas tales como arcilla o talco o análogos o derivados, y mezclas de estos rellenos, tales como, por ejemplo, carbonato de calcio y talco o mezclas de carbonato de calcio y caolín, o mezclas de carbonato de calcio natural con hidróxido de aluminio, mica o con fibras sintéticas o naturales o coestructuras de minerales tales como coestructuras de carbonato de calcio y talco o dióxido de titanio y talco o carbonato de calcio-dióxido de titanio.

50 El material de pigmento en partículas de la suspensión acuosa de materiales de pigmentos proporcionada en la etapa a) puede tener una distribución de tamaños de partícula como se emplea de forma convencional para los materiales involucrados en el tipo de producto que se va a producir. En general, se prefiere que las partículas del material de pigmento en la suspensión tengan un valor d_{50} de diámetro de partícula medio ponderado de 0,05 μm a 100 μm ,

preferiblemente de 0,1 μm a 60 μm , y más preferiblemente de 0,4 μm a 20 μm , mucho más preferiblemente de 0,6 μm a 10 μm , por ejemplo de 0,7 μm a 1,0, según se mide utilizando un instrumento Sedigraph™ 5120 de Micromeritics Instrument Corporation.

5 El valor d_x representa el diámetro relativo al cual $x\%$ en peso de las partículas tienen diámetros menores a d_x . Esto significa que el valor d_{20} es el tamaño de partícula en el que el 20% en peso de todas las partículas es más pequeño, y el valor d_{75} es el tamaño de partícula en el que el 75% en peso de todas las partículas es más pequeño. De esta manera, el valor d_{50} es el tamaño de partícula medio ponderado en el cual el 50% en peso de todos los granos es mayor o más pequeño que este tamaño de partícula. Los expertos en la técnica conocen el método e instrumento utilizados de forma habitual para determinar el tamaño del grano de los rellenos y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una
10 solución acuosa de 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 supersónico.

15 En una realización preferida, las partículas de material de pigmento en la suspensión exhiben un área de superficie específica BET de 0,1 m^2/g a 200 m^2/g , más preferiblemente 3 m^2/g a 25 m^2/g , mucho más preferiblemente 5 m^2/g a 15 m^2/g , e incluso 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 material de pigmento de la presente invención se suspenden en agua y de esta manera forman una suspensión acuosa o lechada de material de pigmento.

20 Preferiblemente, la suspensión acuosa de materiales de pigmentos proporcionada en la etapa a) tiene un contenido de sólidos de 1% en peso a 80% en peso, preferiblemente de 5% en peso a 60% en peso, más preferiblemente de 10% en peso a 50% en peso, y mucho más preferiblemente de 15% en peso a 45% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.

Etapa b): Provisión de por lo menos un aglutinante polimérico

25 De acuerdo con la etapa b) del proceso de la presente invención, se proporciona por lo menos un aglutinante polimérico. Dicho aglutinante polimérico comprende por lo menos un polisacárido que comprende unidades de galactosa y/o manosa.

En el caso en que todas las unidades de monosacáridos en el por lo menos un polisacárido sean del mismo tipo, el polisacárido también se denomina un homopolisacárido u homoglicano. Si el por lo menos un polisacárido se compone de más de un tipo de unidades de monosacáridos, el polisacárido también se denomina un heteropolisacárido o heteroglicano.

30 En una realización preferida de la presente invención, el por lo menos un polisacárido es un homopolisacárido. Preferiblemente, el homopolisacárido se compone de una pluralidad de unidades de repetición de galactosa. Más preferiblemente, las unidades de repetición de galactosa son unidades de α -D-galactopiranosilo y/o unidades de β -D-galactopiranosilo. En una realización preferida, el homopolisacárido se compone de unidades de repetición de β -D-galactopiranosilo o α -D-galactopiranosilo. En una realización especialmente preferida, el homopolisacárido es una cadena
35 lineal de unidades de 1,4-ligadas β -D-galactopiranosilo.

Adicional o alternativamente, el homopolisacárido se compone de una pluralidad de unidades de repetición de manosa. Más preferiblemente, las unidades de repetición de manosa son unidades de α -D-manopiranosilo y/o unidades de β -D-manopiranosilo. En una realización preferida, el homopolisacárido se compone de unidades de repetición de β -D-manopiranosilo o α -D-manopiranosilo. En una realización especialmente preferida, el homopolisacárido es una cadena
40 lineal de unidades de 1,4-ligada β -D-manopiranosilo.

En otra realización preferida de la presente invención, el por lo menos un polisacárido es un heteropolisacárido que comprende unidades de manosa y unidades de galactosa. Preferiblemente, el heteropolisacárido comprende unidades de galactosa seleccionadas de α -D-galactopiranosilo, β -D-galactopiranosilo, y mezclas de estas, y unidades de manosa seleccionadas de α -D-manopiranosilo, β -D-manopiranosilo, y mezclas de estas.

45 Por ejemplo, el heteropolisacárido comprende unidades de β -D-manopiranosilo y unidades de α -D-galactopiranosilo. En una realización preferida, el heteropolisacárido comprende una cadena lineal de unidades de 1,4-ligada β -D-manopiranosilo en las cuales las unidades de α -D-galactopiranosilo son 1,6-ligadas. Preferiblemente, el heteropolisacárido comprende una cadena lineal de unidades de 1,4-ligada β -D-manopiranosilo en las cuales las unidades de α -D-galactopiranosilo simples son 1,6-ligadas.

50 Si el por lo menos un polisacárido comprende un heteropolisacárido que comprende unidades de manosa y unidades de galactosa, el por lo menos un polisacárido tiene una relación de unidades de manosa a unidades de galactosa de 6:1 a

1:1, preferiblemente de 5:1 a 1:1, más preferiblemente de 4:1 a 1:1, y mucho más preferiblemente de 3: 1 a: 1, por ejemplo, en una relación de unidades de manosa a unidades de galactosa de 2:1.

Por ejemplo, el por lo menos un polisacárido comprende una cadena lineal de unidades de 1,4- ligadas β -D-manopiranosilo con unidades de 1,6-ligadas α -D-galactopiranosilo en promedio para cada segunda unidad de manosa.

5 Adicional o alternativamente, se puede utilizar un derivado del por lo menos un polisacárido en el proceso de la presente invención. Dicho derivado se puede obtener, por ejemplo, al modificar el polisacárido a través del uso de enzimas, ácidos, medios de oxidación, temperatura, radiación, etc. Los métodos para preparar dichos derivados son conocidos por el experto en la técnica. Por ejemplo, se puede obtener una modificación mediante eterificación del polisacárido con óxido de propileno u óxido de etileno, lo que resulta en un derivado de hidroxipropilo o derivado de hidroxietilo.

10 En una realización preferida de la presente invención, el aglutinante comprende un derivado aniónico del por lo menos un polisacárido. Por ejemplo, el derivado aniónico del por lo menos un polisacárido es un derivado de carboximetilo y/o derivado de carboximetilo de hidroxipropilo y/o derivado de carboximetil hidroxietilo de por lo menos polisacárido.

15 En otra realización preferida de la presente invención, el aglutinante comprende un derivado catiónico del por lo menos un polisacárido. Por ejemplo, el derivado catiónico del por lo menos un polisacárido se obtiene al hacer reaccionar el polisacárido con derivados de sales de amonio cuaternario.

Los métodos para preparar dichos derivados aniónicos y/o catiónicos del por lo menos un polisacárido son conocidos por el experto en la técnica.

20 El derivado catiónico y/o derivado aniónico del por lo menos un polisacárido tiene preferiblemente un grado de sustitución de los grupos hidroxilo de por lo menos 0,01, más preferiblemente de por lo menos 0,05; y puede llegar a 1,0. Un grado de sustitución adecuado de los grupos hidroxilo puede ser de 0,1 a 0.5.

El peso molecular del por lo menos un polisacárido preferiblemente varía de 1000 y 1 000 000 Da y en general es de aproximadamente 220 000 Da. El peso molecular del por lo menos un polisacárido se puede ajustar mediante tratamiento con peróxido de hidrógeno (H_2O_2).

25 En una realización preferida de la presente invención, el por lo menos un polisacárido es guar y/o un derivado de guar. El guar comprende un heteropolisacárido natural (guarano) constituido por unidades de galactosa y unidades de manosa usualmente en una relación de 1:2, y es el componente de endosperma de las semillas de guar. En general, el guar comprende una cadena lineal de unidades de 1,4-ligadas β -D-manopiranosilo con unidades de 1,6-ligadas α -D-galactopiranosilo. Las semillas de guar que contienen aproximadamente 14 a 17% en peso de cáscara, 35 a 42% en peso de endosperma y 43 a 47% en peso de embrión, comúnmente se trituran en seco y se tamizan para separar el
30 endosperma, que es el guar industrial de uso comercial.

En una realización preferida, el guar se utiliza en su forma natural en el proceso de la presente invención, es decir que no se trata el heteropolisacárido.

35 Adicional o alternativamente, se puede utilizar un derivado de guar en el proceso de la presente invención. Se obtiene un derivado de guar, por ejemplo, al modificar el heteropolisacárido a través del uso de enzimas, ácidos, medios de oxidación, temperatura, radiación, etc. Los métodos para preparar dichos derivados de guar son conocidos por el experto. Por ejemplo, se puede obtener una modificación mediante el uso de una enzima de α -D-galactosidasa comercialmente disponible, que es útil para eliminar las unidades de α -D-galactopiranosilo. Al controlar la cantidad de tiempo en el que el guarano está expuesto a la enzima α -D-galactosidasa, se puede controlar el grado de eliminación de unidades de α -D-galactopiranosilo de la cadena lineal de unidades de manosa. Adicional o alternativamente, se puede
40 obtener una modificación de mediante eterificación de guar con óxido de propileno u óxido de etileno, lo que resulta en un guar de hidroxipropilo o guar de hidroxietilo.

45 En una realización preferida de la presente invención, el derivado de guar es un derivado de guar aniónico tal como un guar de carboximetilo (CMG) y/o guar de carboximetil hidroxipropilo (CMHPG) y/o guar de carboximetil hidroxietilo (CMHEG). Por ejemplo, se obtiene el guar de carboximetilo al hacer reaccionar un guar con ácido monocloroacético en la presencia de soda cáustica.

En otra realización preferida de la presente invención, el derivado de guar es un derivado de guar catiónico obtenido al hacer reaccionar guar con derivados de sales de amonio cuaternario.

50 El derivado de guar catiónico y/o derivado de guar aniónico tiene un grado de sustitución de los grupos hidroxilo de por lo menos 0,01; preferiblemente de por lo menos 0,05 y puede llegar a 2. Un grado de sustitución adecuado de los grupos hidroxilo puede ser de 0,1 a 1.

El peso molecular del guar varía entre 1000 y 1 000 000 Da y de forma general es de aproximadamente 220 000 Da. El peso molecular del guar se puede ajustar mediante tratamiento con peróxido de hidrógeno (H₂O₂).

5 Los derivados catiónicos de guar adecuados están disponibles a partir de una gran variedad de fuentes comerciales. Los derivados de guar catiónicos útiles incluyen los derivados de guar disponibles de Polygal AG, Marstetten, Suiza, como Polygal CA-310 D.

Los guares naturales adecuados están disponibles de una gran variedad de fuentes comerciales. Los guares naturales útiles incluyen el guar disponible de Sigma Aldrich, Buchs, Suiza, como G4129.

En una realización preferida de la presente invención, el por lo menos un polisacárido es soluble en agua.

10 El término "soluble", en el contexto de la presente invención, se refiere a sistemas en los que no se observan partículas sólidas discretas en el solvente, es decir que el por lo menos un polisacárido forma una solución hidrocoloidal, en donde las partículas hidrocoloideas del por lo menos un polisacárido se dispersan en el solvente.

Se puede proporcionar el aglutinante en forma de una solución hidrocoloidal o de un material seco. En una realización preferida, el aglutinante se proporciona en la forma de una solución hidrocoloidal.

15 Si el aglutinante se proporciona en forma de una solución hidrocoloidal, la solución puede estar en la forma de una solución hidrocoloidal acuosa, es decir, se proporciona el aglutinante polimérico en agua. Alternativamente, la solución hidrocoloidal puede estar en la forma de una suspensión orgánica, es decir el aglutinante polimérico se proporciona en un solvente orgánico seleccionado del grupo que comprende metanol, etanol, acetona, y mezclas de estos.

Por ejemplo, el aglutinante se proporciona en forma de una solución hidrocoloidal acuosa.

20 En una realización preferida de la presente invención, el aglutinante está en la forma de una solución hidrocoloidal que tiene una concentración de aglutinante de 0,05% en peso a 10% en peso, preferiblemente de 0,1% en peso a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1% en peso a 2% en peso, y mucho más preferiblemente de 0,1% en peso a 1% en peso, con base en el peso total de la solución.

Etapas c): Mezclar el aglutinante con la suspensión de materiales de pigmentos acuosa

25 De acuerdo con la etapa c) del proceso de la presente invención, el aglutinante polimérico de la etapa b) se mezcla con la suspensión acuosa de materiales de pigmentos de la etapa a).

El aglutinante se agrega a la suspensión acuosa de materiales de pigmentos en una cantidad de 0,1% en peso a 10% en peso, más preferiblemente de 0,1% en peso a 2% en peso, y mucho más preferiblemente de 0,25% en peso a 1% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.

30 La cantidad de aglutinante en la suspensión se puede ajustar por métodos conocidos por el experto. Para ajustar la cantidad de aglutinante en la suspensión, se puede deshidratar parcial o totalmente mediante un proceso de filtración, centrifugación o de separación térmica. Por ejemplo, la suspensión puede ser deshidratada parcial o totalmente mediante un proceso de filtración tal como nanofiltración, o un proceso de separación térmica tal como un proceso de evaporación. Alternativamente, se puede agregar agua a la suspensión hasta que se obtiene la cantidad de aglutinante deseada.

35 Adicional o alternativamente, el contenido de sólidos en la etapa c) se ajusta de tal manera que sea de por lo menos 1% en peso, preferiblemente de 1% en peso a 80% en peso, más preferiblemente de 5% en peso a 60% en peso, incluso más preferiblemente de 10% en peso a 50% en peso, y mucho más preferiblemente de 15% en peso a 45% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.

40 El contenido de sólidos de la suspensión se puede ajustar mediante métodos conocidos por el experto. Para ajustar el contenido de sólidos de una suspensión acuosa que comprende material de pigmento, la suspensión se puede deshidratar parcial o totalmente mediante un proceso de filtración, centrifugación o separación térmica. Por ejemplo, la suspensión puede ser deshidratada parcial o totalmente mediante un proceso de filtración tal como nanofiltración, o un proceso de separación térmica tal como un proceso de evaporación. Alternativamente, se puede agregar agua al material en partículas de la suspensión acuosa de materiales de pigmentos (por ejemplo que resulta de la filtración) hasta que se obtiene el contenido de sólidos deseado. Adicional o alternativamente, se puede agregar una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes que tenga un contenido menor adecuado de partículas sólidas al material en partículas de la suspensión acuosa de materiales de pigmentos hasta que se obtiene el contenido de sólidos deseado.

En el proceso de la presente invención, el aglutinante se puede mezclar con la suspensión acuosa de materiales de pigmentos, mediante cualesquier medios de mezclado convencionales conocidos por el experto.

En una realización preferida de la presente invención, la suspensión acuosa de materiales de pigmentos obtenida en la etapa c) tiene un pH de 6 a 12, preferiblemente de 6.5 a 10, y más preferiblemente de 7 a 9.

5 La suspensión acuosa de materiales de pigmentos se puede mezclar con el aglutinante de cualquier forma adecuada, por ejemplo en la forma de una solución hidrocoloidal o un material seco. Preferiblemente, el aglutinante está en la forma de una solución hidrocoloidal. En una realización preferida, el aglutinante está en la forma de una solución hidrocoloidal acuosa que tiene una concentración de aglutinante de 0,05% en peso a 10% en peso, preferiblemente de 0,1% en peso a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1% en peso a 2% en peso, y mucho más preferiblemente de 10 0,1% en peso a 1% en peso, con base en el peso total de la solución.

Etapas d) Triturar la suspensión acuosa de materiales de pigmentos

De acuerdo con la etapa d) del proceso de la presente invención, se tritura la suspensión acuosa de materiales de pigmentos de la etapa c).

15 El proceso de trituración se puede realizar mediante todas las técnicas y molinos bien conocidos por los expertos en la técnica de la trituración en húmedo. La etapa de molienda se puede llevar a cabo con cualquier dispositivo de trituración convencional, por ejemplo, bajo condiciones de tal manera que el refinamiento resulta predominantemente de impactos con un cuerpo secundario, es decir en uno o más de: un molino de bolas, un molino de rodillos, un molino de vibración, un molino de impactos centrífugo, un molino de esferas vertical, un molino de desgaste, u otro dicho equipo, conocido por el experto. La etapa de trituración d) se puede llevar a cabo en tandas o en forma continua, preferiblemente en 20 forma continua.

En una realización preferida de la presente invención, la suspensión acuosa que se va a triturar tiene un pH de 6 a 12, preferiblemente de 6.5 a 10, y más preferiblemente de 7 a 9.

Adicional o alternativamente, la suspensión acuosa obtenida después de trituración tiene un pH de 6 a 12, preferiblemente de 6.5 a 10, y más preferiblemente de 7 a 9.

25 En una realización preferida de la presente invención, la etapa de trituración d) se lleva a cabo a una temperatura de 10° C a 110° C, preferiblemente de 20° C a 60° C y mucho más preferiblemente de 20° C a 45° C.

En una realización preferida de la presente invención, la etapa de trituración d) se lleva a cabo durante y/o después de la etapa c)

Por ejemplo, la etapa de trituración d) se lleva a cabo después de la etapa c).

30 En una realización preferida de la presente invención, la etapa de trituración d) se lleva a cabo hasta que la fracción de partículas de pigmentos autoaglutinantes que tiene un tamaño de partícula de menos de 1 µm es mayor al 5% en peso, preferiblemente mayor al 20% en peso, más preferiblemente mayor al 40% en peso, más preferiblemente mayor al 50% en peso, y mucho más preferiblemente mayor al 60% en peso, con base en el peso total de las partículas de pigmento, según se mide con un Sedigraph 5120.

35 Adicional o alternativamente, las partículas de pigmentos autoaglutinantes obtenidas en la etapa d) del proceso de la presente invención pueden tener un valor de diámetro d_{50} de partícula medio ponderado, medido de acuerdo con el método de sedimentación, en el rango de 0,05 µm a 3 µm, preferiblemente de 0,1 µm a 2 µm, y mucho más preferiblemente de 0,4 µm a 1 µm, por ejemplo de 0,6 µm a 0,8 µm. Adicional o alternativamente, las partículas de pigmentos autoaglutinantes obtenidas en la etapa d) pueden tener un d_{98} de menos de 10 µm, preferiblemente de 40 menos de 5, más preferiblemente de menos de 3, y mucho más preferiblemente de menos de 2 µm.

En una realización preferida de la presente invención, las partículas de pigmentos autoaglutinantes obtenidas en la etapa d) exhiben un área de superficie específica BET de 1 m²/g a 201 m²/g, más preferiblemente 3 m²/g a 25 m²/g, mucho más preferiblemente 5 m²/g a 15 m²/g, e incluso más preferiblemente 6 m²/g a 12 m²/g, medidas utilizando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la ISO 9277.

45 En una realización preferida de la presente invención, el contenido de sólidos de la suspensión obtenida en la etapa d) es de por lo menos 1% en peso, preferiblemente de 1% en peso a 80% en peso, más preferiblemente de 5% en peso a 60% en peso, incluso más preferiblemente de 10% en peso a 50% en peso, y mucho más preferiblemente de 15% en peso a 45% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.

En una realización preferida de la presente invención, el proceso de la invención puede llevar directamente a una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes con alto contenido de sólidos, es decir, el proceso de la presente invención no requiere una etapa de concentración adicional.

5 Si se obtiene una suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes con alto contenido de sólidos, el contenido de sólidos de la suspensión obtenida es de por lo menos 45% en peso, y preferiblemente de 45% en peso a 80% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento. Por ejemplo, el contenido de sólidos de la suspensión obtenida es de 50% en peso a 80% en peso, preferiblemente de 60% en peso a 79% en peso, y más preferiblemente de 65% en peso a 78% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.

10 En una realización preferida de la presente invención, el proceso comprende adicionalmente la etapa e) de concentrar la suspensión de material de pigmento obtenida.

En una realización preferida de la presente invención, la etapa de concentración e) se lleva a cabo antes o después de la etapa d).

15 Por ejemplo, la etapa de concentración e) se lleva a cabo antes de la etapa d). Alternativamente, la etapa de concentración e) se lleva a cabo después de la etapa d).

20 Si la etapa e) se implementa en el proceso de la presente invención, el contenido de sólidos en la suspensión obtenida se ajusta de tal manera que es de por lo menos 45% en peso, preferiblemente de 45% en peso a 80% en peso, más preferiblemente de 50% en peso a 80% en peso, incluso más preferiblemente de 60% en peso a 79% en peso, y mucho más preferiblemente de 65% en peso a 78% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.

El contenido de sólidos de la suspensión obtenida se puede ajustar mediante métodos de concentración conocidos por el experto. La concentración de la suspensión de materiales de pigmento correspondiente 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 tal como nanofiltración, y/o centrífuga.

25 En una realización preferida de la presente invención, el proceso comprende la etapa e) de concentrar la suspensión de materiales de pigmento obtenida, de tal manera que el contenido de sólidos en la suspensión obtenida es de por lo menos 65% en peso, más preferiblemente por lo menos 80% en peso, y mucho más preferiblemente por lo menos 90% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.

30 En una realización preferida de la presente invención, el proceso comprende la etapa e) de concentrar la suspensión de materiales de pigmento obtenida, de modo que se obtiene un producto seco.

Se entiende que el término "producto seco" se refiere a las partículas de pigmento que tienen un contenido de humedad superficial total de menos de 0.5% en peso, preferiblemente menos de 0,2% en peso, y más preferiblemente menos de 0,1% en peso, con base en el peso total de las partículas de pigmento.

35 Si el proceso de la invención comprende adicionalmente la etapa e) de concentrar la suspensión de materiales de pigmento producida, de manera tal manera que se obtiene un producto seco o una suspensión que tiene un contenido de sólidos de por lo menos 65% en peso, más preferiblemente por lo menos 80% en peso, y mucho más preferiblemente por lo menos 90% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento, el producto seco o la suspensión se pueden volver a diluir. Si el producto seco o la suspensión se vuelve a diluir, el contenido de sólidos en la suspensión obtenida se ajusta de tal manera que es de por lo menos 1% en peso, preferiblemente de 1% en peso a 80% en peso, más preferiblemente de 5% en peso a 60% en peso, incluso más preferiblemente de 10% en peso a 50% en peso, y mucho más preferiblemente de 15% en peso a 45% en peso, con base en el peso total de la suspensión de los materiales de pigmento.

En una realización preferida de la presente invención, se agrega un agente de dispersión antes o durante o después de la etapa c) y/o la etapa d) del proceso.

45 En una realización preferida de la presente invención, el proceso de la invención no requiere el uso o adición de un agente de dispersión durante la trituración.

50 La suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes que se puede obtener mediante el proceso de acuerdo con la presente invención contiene un alto contenido de sólidos de partículas de pigmentos minerales autoaglutinantes, y preferiblemente está libre de agentes de estabilización y/o dispersión. La suspensión de partículas de pigmentos autoaglutinantes de la invención preferiblemente tiene un bajo contenido de orgánicos total y/o un bajo contenido de

aglutinante libre en la fase acuosa de la suspensión. El contenido orgánico total y/o el contenido de aglutinante libre en la fase acuosa se puede determinar después de un secado a 120° C al medir los valores de la pérdida por calcinación (LOI, por sus siglas en inglés) a 570°C.

5 El alcance e interés de la invención serán entendrán mejor con base en los siguientes ejemplos que están destinados a ilustrar determinadas realizaciones de la invención y no son limitativos.

Descripción de las figuras

La Figura 1: ilustra el efecto de las suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes sobre el índice de tracción en hojas de ensayo preparadas a partir de dichas suspensiones.

10 La Figura 2: ilustra el efecto de las suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes sobre el enlace interno (en Dirección z) en papel de muestra preparadas a partir de dichas suspensiones.

La Figura 3: ilustra la fuerza máxima, $F_{máx}$, necesaria para producir la primera grieta en un comprimido.

Ejemplos

Métodos y Materiales

En lo siguiente, se describen los materiales y métodos de medición implementados en los ejemplos.

15 Área de superficie específica BET de un material

El área de superficie específica BET se mide mediante el método BET de acuerdo con ISO 9277, utilizando nitrógeno luego de acondicionar la muestra al calentar a 250° C por un periodo de 30 minutos. Antes de dichas mediciones, la muestra se filtra, enjuaga, y seca a 110° C en un horno durante por lo menos 12 horas.

20 Distribución de tamaños de partícula (% de masa de partículas con un diámetro < X) Y diámetro medio ponderado (d_{50}) de un material en partículas

El diámetro de grano medio ponderado y la distribución másica por diámetro de grano de un material en partículas se determinan a través del método de sedimentación, es decir un análisis del comportamiento de sedimentación en un campo gravitacional. La medición se lleva a cabo con un Sedigraph™ 5120.

25 El experto conoce el método y el instrumento que se utilizan de forma habitual para determinar el tamaño de los granos de los rellenos y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una solución acuosa de 0,1% en peso de $Na_4P_2O_7$. Las muestras se dispersan utilizando un agitador de alta velocidad y ultrasónico.

pH de una suspensión acuosa

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

Contenido de sólidos de una suspensión acuosa

30 El contenido de sólidos de la suspensión (también denominado "peso en seco") se determina con un Moisture Analyser HR73 de la compañía Mettler-Toledo, Suiza, con la siguiente configuración: temperatura de 120° C, desactivación automática 3, secado estándar, 5 a 20 g de suspensión.

Estudio de papeles de muestra

35 El estudio de las hojas de ensayo y la posterior prueba de las propiedades de resistencia mecánica del papel es una medida para la capacidad de unión del pigmento autoaglutinante a otras superficies tales como fibras celulósicas.

40 Para este estudio se utiliza pulpa de eucalipto (Jarilyptus) refinada a 30 °SR. Se diluyen 60 g de mezcla de pulpa (seca) en 10 dm³ de agua corriente, y luego se agrega el relleno. La suspensión se agita durante 30 minutos. Posteriormente se agrega 0,06% (con base en el peso en seco) de una poliacrilamida (Polymin 1530, comercialmente disponible de BASF, Ludwigshafen, Alemania) como un auxiliar de la retención, y se forman papeles de muestra de 78 g/m² utilizando el formador de papeles de muestra Rapid-Kothen. Cada papel de muestra se seca utilizando el secador Rapid-Kothen. El contenido de relleno en los papeles de muestra se determina al quemar un cuarto de un papel de muestra seca en un horno de mufla calentado a 570° C. Después de que se completa la incineración, el residuo se transfiere a un desecador

y se deja enfriar. Cuando se alcanza la temperatura ambiente, se mide el peso del residuo y se relaciona con el peso medido inicialmente del cuarto de papel de muestra seca. El contenido de relleno en los ejemplos es de 20 - 30%.

Las propiedades de resistencia mecánica de los papeles de muestra se caracterizan por el índice de tracción y el enlace interno de acuerdo con ISO 1924-2 Y SCAN-P80:98 / TAPPI T541, respectivamente, después del secado los papeles de muestra.

Prueba de trituración de comprimidos

Esta prueba es una medida del poder autoaglutinante de un pigmento. Es una medida de la fuerza que se necesita para triturar los comprimidos que se forman con las suspensiones de pigmento autoaglutinante. Para demostrar la conveniencia del carácter autoaglutinante de las partículas de pigmento obtenidas de tal modo, se formulan los comprimidos utilizando un proceso de filtración de membrana. En este sentido, se utiliza un aparato del tipo prensa de filtro de alta presión, fabricado de un tubo de acero hueco. Dicho tubo se cierra en la parte superior por una tapa y contiene la membrana de filtración en la parte inferior.

Los comprimidos se forman al aplicar una presión constante (15 bares) a 80 ml de la suspensión acuosa de materiales de pigmentos con mediciones durante 2 a 48 horas, de tal manera que el agua se libera por filtración a través de una membrana de filtro de 0,025 µm fina, lo que genera un comprimido compacto. Este método produce comprimidos de aproximadamente 4 cm de diámetro con un espesor de 1.5 a 2,0 cm. Los comprimidos obtenidos se secan en un horno a 60°C durante 48 horas.

El dispositivo y el método utilizados se describen en detalle en el documento titulado "Recubrimientos de carbonato de calcio modificado con absorción rápida y capacidad de absorción de líquido extensa" (Colloids and Surfaces A, 236 (1-3), 2003, pp. 91 - 103).

Posteriormente, los comprimidos se trituran para formar muestras en forma de discos de 2,0 - 2.1 cm de diámetro, con un espesor de 0,6 - 0.7 cm, para el análisis de prueba de resistencia al utilizar un molino de discos (Jean Wirtz, Phoenix 4000). Este procedimiento se describe en el documento titulado "Transporte de fluido en estructuras de recubrimiento porosas: algunos hallazgos novedosos" (Tappi Journal, 83 (5), 2000, pp. 77-78). Estos discos de comprimidos más pequeños se trituran bajo presión para probar su propiedad de resistencia al utilizar el aparato de penetración Zwick/Roell Around Z020 de la compañía Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, Alemania. El pistón entra en contacto con la muestra a una velocidad de deformación de 3 mm por minuto, la prueba se detiene a una deformación del 95% o 20 kN. En el primer máximo local de la medición, se produce una grieta en la muestra. Los valores dados aquí son el promedio de tres mediciones de comprimidos preparadas de forma independiente y las barras de error son la desviación estándar de estas tres mediciones.

Titulación de polielectrolitos (PET)

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 llevan a cabo pesando una muestra de la suspensión de carbonato de calcio en un recipiente de titulación y diluyendo la muestra con agua desionizada hasta un volumen de aproximadamente 40 ml. A continuación de esto, se agregan lentamente 10 ml de poli (cloruro de N,N-dimetil- 3,5-dimetileno-piperidinio) catiónico 0,01 M (PDDPC; obtenido de ACROS Organics, Bélgica) bajo agitación en el recipiente de titulación en el término de 5 min y luego se agita el contenido del recipiente durante otros 20 minutos. Después se filtra la suspensión a través de un filtro de membrana de mezcla de ésteres de 0,2 µm (Ø 47 mm) y se lava con 5 ml de agua desionizada. El filtrado así obtenido se diluye con 5 ml de regulador de fosfato pH 7 (Riedel-de Haen, Alemania) y luego se agrega lentamente solución de polivinilsulfato de potasio 0,01 M (KPVS; obtenida de SERVA Feinbiochemica, Heidelberg) al filtrado para titular el exceso de reactivo catiónico. El criterio de valoración de la titulación se detecta con un Photrode DP660, que se ajusta a 1200 a 1400 mV en agua desionizada, antes dicha medición. El cálculo de carga se lleva a cabo de acuerdo con la siguiente evaluación:

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

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

Cálculo del peso de la muestra óptimo:

$$E_p = \frac{60}{W_{DM} * K_{DM} * Fk}$$

Cálculo del peso de la muestra adaptada para 4 ml de consumo:

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

Abreviaturas

- 5 E_p = Peso de la muestra [g]
- W_{DM} = Contenido de agente de dispersión en [%]
- K_{DM} = Constante de agente de dispersión [μ Val/ .1 mg de agente de dispersión]
- Fk = Contenido de sólidos [%]
- V_{PDDPC} = Volumen de PDDPC [ml]
- 10 V_{KPVS} = Volumen de KPVS [ml]
- t_{PDDPC} = Titulación de PDDPC
- E_{DM} = Peso de agente de dispersión [mg]
- Q = Carga [μ Val/g]
- W_{atro} = Contenido de agente de dispersión atro [%]
- 15 E_1 = Peso de la muestra del experimento a ser optimizado [g]
- $V_{KPVS, 1}$ = Consumo experimental de KPVS [ml] del experimento a ser optimizado

Método de pérdida por Calcinación (LOI)

- 20 Para medir la pérdida por calcinación, se secan muestras de las suspensiones de materiales de pigmento autoaglutinantes en un microondas a aproximadamente 200 W, durante aproximadamente 75 min., de tal manera que las muestras tuvieran una humedad máxima de aproximadamente 0.5% en peso, con base en el peso total del material en partículas. Posteriormente, se desaglomeran las muestras seca al utilizar un molino ultracentrífugo RETSCH (tipo ZM) con 200 μ m de tamiz y rotor de 24 dientes. Se pesan 3 a 4 g de la muestra obtenida en un crisol de porcelana y se calientan en un horno de mufla a aproximadamente 570 °C hasta alcanzar masa constante. Después de enfriar en un desecador, el crisol de porcelana se pesa con el residuo obtenido. Los valores dados aquí son el promedio de dos
- 25 mediciones de muestras preparadas separadote forma independiente.

La pérdida por calcinación es una medición absoluta mostrada en porcentaje y calculada de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\frac{100 * (m_1 - m_2)}{m_1}$$

Con

- 30 m_1 : masa de peso inicial [g]
- m_2 : masa después de calentar a aproximadamente 570° C en un horno de mufla [g]

Ejemplo 1 (Ejemplo de la Invención)

El material en partículas utilizado para la preparación de la suspensión es un mármol de origen noruego.

5 La suspensión de pigmento tiene un contenido de sólidos de aproximadamente 20% en peso, con base en el peso total de la suspensión. El material en partículas tiene un valor d_{50} de diámetro de partícula medio ponderado de 0.8 μm , un d_{90} de menos de 2 μm , y un d_{60} de menos de 1 μm (todos medidos de acuerdo con el método de sedimentación). Adicionalmente, el material en partículas de la suspensión tiene un área de superficie específica de 7 m^2/g (medida utilizando nitrógeno y el método BET).

10 Se mezcla un polvo de guar en una cantidad de 0.4% en peso (comercializado por Sigma Aldrich, designado G4129), con base en el peso total de la suspensión, se mezcla antes de triturar en la suspensión del material en partículas y se agita con un agitador para disolver durante 30 minutos.

La suspensión con bajo contenido de sólidos a ~20% en peso se corre a través de un Dynomill Multilab, cargado con 460 cm^3 de esferas trituradoras Verac (0.6 - 1,0 mm) durante 90 minutos. La cámara de trituración tiene un volumen total de 600 cm^3 . La velocidad de trituración se establece a 2500 rpm y el flujo se establece a razón de 500 cm^3/min . La trituración se lleva a cabo a temperatura ambiente.

15 No se observa aumento importante de la temperatura.

El producto obtenido se analiza por Sedigraph®, contenido de sólidos, PET, pH y LOI. La Tabla 1 resume los detalles de las mediciones del producto final.

Tabla 1

	Ejemplo de la invención 1
< 2 $\mu\text{m}/\%$	97,7
< 1 $\mu\text{m}/\%$	83,0
$D_{50}/\mu\text{m}$	0,56
Contenido de sólidos/% en peso	20,2
PET/ $\mu\text{Eq/g}$	-14,8
pH	6,28
LOI/%	2,6

20 Además de esto, el efecto de las suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes sobre el índice de tracción para los papeles de muestra preparadas a partir de la suspensión obtenida en el Ejemplo 1 se representa en la Figura 1.

Adicionalmente, el efecto de las suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes sobre el enlace interno (en Dirección z) en papel de muestra preparadas a partir de la suspensión obtenida en el Ejemplo 1 se representa en la Figura 2.

25 Por razones de comparación, también se han medido el índice de tracción y el efecto sobre el enlace interno (en Dirección z) para los papeles de muestra preparadas a partir de una suspensión que comprende un producto comercialmente disponible. Por lo tanto, las partículas de pigmento que se utilizan, están disponibles comercialmente como Hydrocarb® HO-ME de Omya International AG, Oftringen, Suiza. El producto está en la forma de una suspensión de un CaCO_3 natural y tiene un contenido total de sólidos de 66% en peso con base en el peso total de la suspensión.

30 El material en partículas en la suspensión, medido en un Sedigraph 5120, tiene un valor d_{50} de diámetro de partícula medio ponderado de 0.8 μm , un d_{90} de menos de 2 μm , y un d_{60} de menos de 1 μm . Adicionalmente, el material en partículas del Hydrocarb® HO-ME tiene un área de superficie específica de 7 m^2/g (medida utilizando nitrógeno y el método BET).

De las Figuras 1 y 2, se puede concluir que los papeles de muestra preparadas de una suspensión elaborada de acuerdo con el proceso de la invención alcanzan un índice de tracción de aproximadamente 22 Nm/g y un enlace interno (en Dirección z) de por lo menos 475 kPa. Por el contrario, el índice de tracción medido de las hojas de ensayo preparadas a partir de la suspensión que comprende partículas de pigmento disponibles comercialmente es de 20 Nm/g, mientras que el enlace interno (en Dirección z) es inferior a 400 kPa. Por lo tanto, se debe asumir que las suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes obtenidas por el proceso de la invención imparten efectos positivos sobre las propiedades de resistencia mecánica de los productos finales preparados a partir de dichas suspensiones.

Ejemplo 2 (Ejemplo comparativo)

El material en partículas utilizado para la preparación de la suspensión es un mármol de origen noruego.

La suspensión de pigmento tiene un contenido de sólidos de aproximadamente 20% en peso, con base en el peso total de la suspensión. El material en partículas tiene un valor d_{50} de diámetro de partícula medio ponderado de 0.8 μm , un d_{90} de menos de 2 μm , y un d_{60} de menos de 1 μm (todos medidos de acuerdo con el método de sedimentación). Adicionalmente, el material en partículas de la suspensión tiene un área de superficie específica de 7 m^2/g (medida utilizando nitrógeno y el método BET).

La suspensión con bajo contenido de sólidos a -20% en peso se corre a través de un Dynomill Multilab, cargado con 460 cm^3 de esferas trituradoras Verac (0.6 - 1,0 mm) durante 90 minutos. La cámara de trituración tiene un volumen total de 600 cm^3 . La velocidad de trituración se establece a 2500 rpm y el flujo se establece a 500 cm^3/min .

No se observa aumento importante de la temperatura.

Un polvo de guar en una cantidad de 2% en peso (comercializado por Sigma Aldrich bajo G4129), con base en el peso total de la suspensión, se mezcla después de triturado en la suspensión y se agita durante un corto tiempo. Las mediciones PET del guar mostraron una carga aniónica de $\leq -150 \mu\text{Eq/g}$.

El producto final fue analizado por Sedigraph®, contenido de sólidos, PET, pH y LOI. La Tabla 2 resume los detalles de las mediciones antes de la adición de guar y después de la adición de guar,

Tabla 2

	Ejemplo comparativo 2	
	Antes de la adición de guar	Después de la adición de guar
< 2 $\mu\text{m}/\%$	96,7	97,0
< 1 $\mu\text{m}/\%$	77,9	68,8
$D_{50}/\mu\text{m}$	0,61	0,77
Contenido de sólidos /% en peso	-	19,4
PET/ $\mu\text{Eq/g}$	-	-16,8
pH	-	6,41
LOI/ %	-	2,7

A partir de los detalles medidos, se puede concluir que la adición de guar después de triturar la suspensión acuosa de materiales de pigmentos resulta en un aumento del valor d_{50} del diámetro de partícula medio ponderado del material en partículas. Adicionalmente, se puede concluir que se reduce la cantidad de material en partículas en la suspensión que tiene un valor de diámetro de partícula medio ponderado de menos de 1 μm . Por lo tanto, se debe asumir que el Ejemplo comparativo resulta en una aglomeración indeseada del material en partículas en las suspensiones.

Ejemplo 3 (Ejemplo de la Invención)

El material en partículas utilizado para la preparación de la suspensión es un mármol de origen noruego.

La suspensión de pigmento tiene un contenido de sólidos de aproximadamente 20% en peso, con base en el peso total de la suspensión. El material en partículas tenía un valor d_{50} de diámetro de partícula medio ponderado de 0.8 μm , un d_{90} de menos de 2 μm , y un d_{-60} de menos de 1 μm (todos medidos de acuerdo con el método de sedimentación).
5 Adicionalmente, el material en partículas de la suspensión tiene un área de superficie específica de 7 m^2/g (medida utilizando nitrógeno y el método BET).

Un polvo de guar en una cantidad de 0.4% en peso (comercializado por Sigma Aldrich bajo G4129), con base en el peso total de la suspensión, se mezcla, antes de ser triturado, en la suspensión del material en partículas y se agitó con un agitador para disolver durante 60 minutos.

- 10 La suspensión con bajo contenido de sólidos a -20% en peso se corre a través de un Dynomill Multilab, cargado con 460 cm^3 de esferas trituradoras Verac (0.6 - 1,0 mm) durante 90 minutos. La cámara de trituración tiene un volumen total de 600 cm^3 . La velocidad de trituración se establece a 2500 rpm y el flujo se establece a razón de 500 cm^3/min . La trituración se lleva a cabo a temperatura ambiente.

No se observa aumento significativo de la temperatura.

- 15 Se preparan los comprimidos y se miden en la prueba de triturado de comprimidos con respecto a la fuerza máxima, $F_{\text{máx}}$, necesaria para que ocurra la primera grieta en un comprimido. En particular, los comprimidos se preparan con la suspensión obtenida en este ejemplo y los comprimidos preparados a partir de las suspensiones que comprenden los productos disponible comercialmente Covercarb® 75-ME, que tienen un valor d_{50} de diámetro de partícula medio ponderado de 0,6 μm , Hydrocarb® 90-ME, que tiene un valor d_{50} de diámetro de partícula medio ponderado de 0.7 μm ,
20 u Omyacarb® 1-AV, que tiene un valor d_{50} de diámetro de partícula medio ponderado de 1.7 μm (todos disponibles de Omya AG, Oftringen, Suiza) pero sin utilizar aglutinante.

El efecto de las suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes sobre la fuerza máxima, $F_{\text{máx}}$, necesaria para que ocurra la primera grieta en un comprimido, según se mide en la prueba de triturado de comprimidos se representa en la Figura 3.

- 25 A partir de la Figura 3 se puede concluir que los comprimidos preparados a partir de una suspensión elaborada de acuerdo el proceso de la invención requieren una fuerza máxima de aproximadamente 1400 N para producir la primera grieta, en comparación con una fuerza máxima necesaria de menos de 350 N para los comprimidos preparados sin aglutinante. Por lo tanto, se asume que las suspensiones de partículas de pigmentos autoaglutinantes obtenidas por el proceso de la invención imparten efectos positivos sobre las propiedades de resistencia mecánica de los productos
30 finales preparados a partir de dichas suspensiones.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para preparar suspensiones de partículas de pigmento autoaglutinante, el proceso comprende las siguientes etapas:
- a) proporcionar de una suspensión acuosa de material de pigmento,
 - 5 b) proporcionar por lo menos un aglutinante polimérico, en donde el aglutinante comprende por lo menos un polisacárido que comprende unidades de galactosa y/o manosa,
 - c) mezclar el aglutinante de la etapa b) con la suspensión acuosa de material de pigmento de la etapa a), y
 - d) triturar la suspensión acuosa de material de pigmento de la etapa c)
- 10 en donde en la etapa c), el aglutinante se agrega a la suspensión acuosa de material de pigmento en una cantidad desde 0,1 % en peso y 10 % en peso, con base en el peso total de la suspensión del material de pigmento.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la suspensión de material de pigmento de la etapa a) comprende un material de pigmento seleccionado del grupo que comprende carbonato de calcio, minerales que contienen carbonato de calcio, rellenos a base de carbonatos mezclados, o mezclas de los mismos, y en donde los minerales contienen carbonato de calcio, de manera preferida comprende dolomita, y los rellenos a base de carbonatos mezclados se seleccionan preferiblemente de calcio asociado con magnesio, arcilla, talco, mezclas de talco-calcio, 15 mezclas de carbonato de calcio-kaolín, o mezclas de carbonato de calcio natural con hidróxido de aluminio, mica o con fibras sintéticas o naturales o co-estructuras de minerales, preferiblemente de carbonato de calcio-talco o talco-dióxido de titanio o co-estructuras de carbonato de calcio-dióxido de titanio.
3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en donde el carbonato de calcio es carbonato de calcio natural triturado, carbonato de calcio precipitado, carbonato de calcio modificado, o una mezcla de los mismos.
- 20 4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el aglutinante de la etapa b) comprende por lo menos un polisacárido que comprende unidades de galactosa y manosa.
5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el aglutinante de la etapa b) comprende un derivado catiónico de por lo menos un polisacárido.
- 25 6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el aglutinante de la etapa b) comprende por lo menos un polisacárido que comprende una cadena lineal de unidades de 1,4-ligadas β -D-manopiranosilo, preferiblemente la cadena lineal de unidades de 1,4-ligada β -D-manopiranosilo son unidades 1,6-ligadas α -D-galactopiranosilo.
- 30 7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el aglutinante de la etapa b) comprende por lo menos un polisacárido que tiene una relación de unidades de manosa a unidades de galactosa de 6:1 a 1:1, preferiblemente de 5:1 a 1:1, más preferiblemente de 4:1 a 1:1, y mucho más preferiblemente 3:1 a 1:1.
8. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde el aglutinante de la etapa b) está en la forma de una solución hidrocoloidal o un material seco, preferiblemente en la forma de una solución hidrocoloidal.
- 35 9. El proceso de acuerdo con la reivindicación 8, en donde el aglutinante de la etapa b) está en la forma de una solución hidrocoloidal que tiene una concentración de aglutinante de 0,05 % en peso a 10% en peso, preferiblemente de 0,1% en peso a 5% en peso, más preferiblemente de 0,1% en peso a 2% en peso, y mucho más preferiblemente de 0,1% en peso a 1% en peso, con base en el peso total de la solución.
- 40 10. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde en la etapa c) el aglutinante se agrega a la suspensión acuosa de material de pigmento en una cantidad de 0,1% en peso a 2% en peso, y más preferiblemente de 0,25% en peso a 1% en peso, con base en el peso total de la suspensión de material de pigmento.
- 45 11. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el contenido de sólidos en la etapa c) se ajusta de tal manera que es por lo menos 1% en peso, preferiblemente de 1% en peso a 80% en peso, más preferiblemente de 5% en peso a 60% en peso, incluso más preferiblemente de 10% en peso a 50% en peso, y mucho más preferiblemente de 15% en peso a 45% en peso, con base en el peso total de la suspensión de material de pigmento.

ES 2 536 787 T3

12. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde la etapa de trituración d) se lleva a cabo durante y/o después de la etapa c), preferiblemente después de la etapa c).
13. El proceso de acuerdo con la reivindicación 12, en donde la etapa de trituración d) se lleva a cabo a una temperatura de 10° C a 110° C, preferiblemente de 20° C a 60° C y mucho más preferiblemente de 20° C a 45° C.
- 5 14. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en donde la etapa de trituración d) se lleva a cabo hasta que la fracción de partículas de pigmento autoaglutinante que tienen un tamaño de partícula de menos que 1 µm es mayor de 5% en peso, preferiblemente mayor de 20% en peso, más preferiblemente mayor de 40% en peso, más preferiblemente mayor de 50% en peso, y mucho más preferiblemente mayor de 60% en peso, con base en el peso total de las partículas de pigmento.
- 10 15. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en donde la etapa de trituración d) se lleva a cabo en tanda o de forma continua, preferiblemente de forma continua.
- 15 16. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en donde comprende adicionalmente la etapa e) de concentración de la suspensión del material de pigmento obtenida de tal manera que el contenido de sólidos en la suspensión es por lo menos 45% en peso, preferiblemente de 45% en peso a 80% en peso, más preferiblemente de 50% en peso a 80% en peso, incluso más preferiblemente de 60% en peso a 79% en peso, y mucho más preferiblemente de 65% en peso a 78% en peso, con base en el peso total de la suspensión de material de pigmento.
17. El proceso de acuerdo con la reivindicación 16, en donde la etapa de concentración e) se lleva a cabo antes o después de la etapa d).
- 20 18. El proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, en donde antes o durante o después de la etapa c) y/o la etapa d), se agrega un agente de dispersión.

FIG. 1

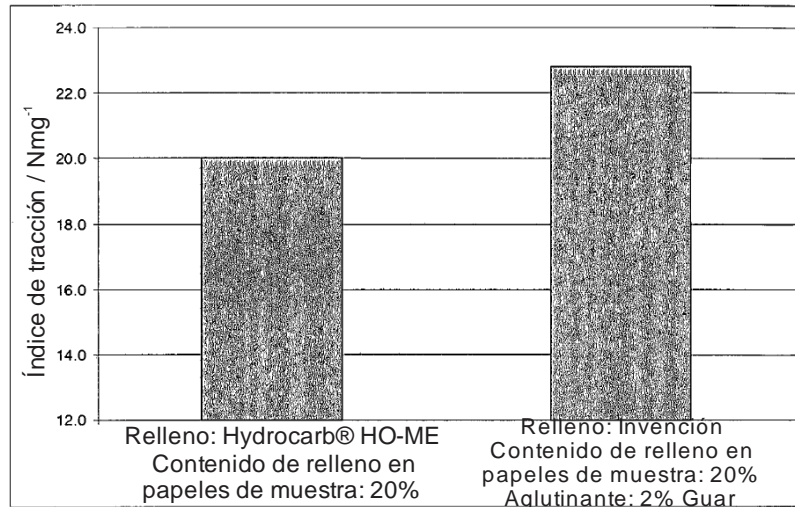


FIG. 2

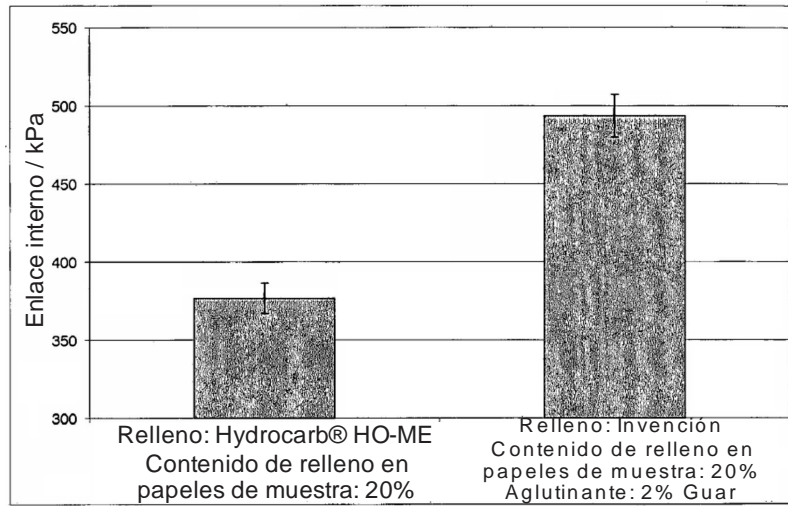


FIG. 3

