

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 587 504**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

D21H 17/00 (2006.01)

D21H 17/63 (2006.01)

D21H 19/38 (2006.01)

C08K 3/26 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.09.2012** **E 12186131 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.05.2016** **EP 2712895**

54 Título: **Suspensiones acuosas de material mineral reológicamente estables que comprenden polímeros orgánicos que tienen contenido reducido de compuestos orgánicos volátiles (COV)**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
25.10.2016

73 Titular/es:
OMYA INTERNATIONAL AG (100.0%)
Baslerstrasse 42
4665 Oftringen, CH

72 Inventor/es:
RENTSCH, SAMUEL;
BURI, MATTHIAS y
GANE, PATRICK A.C.

74 Agente/Representante:
CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 587 504 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

Suspensiones acuosas de material mineral reológicamente estables que comprenden polímeros orgánicos que tienen contenido reducido de compuestos orgánicos volátiles (COV).

5 La presente invención se refiere a suspensiones acuosas de materiales minerales, y más específicamente a suspensiones acuosas con estabilidad reológica que comprenden un material mineral y al menos un polímero orgánico que tiene contenido reducido de COV (Compuesto Orgánico Volátil).

10 El material mineral, con el cual un experto en la técnica está bien familiarizado comprende, por ejemplo, carbonato de calcio natural tal como mármol, calcita, piedra caliza y/o tiza, y/o carbonato de calcio sintético, tal como formas cristalinas escalenoédricas y/o aragoníticas y/o calcíticas y rellenos análogos diversos que contienen carbonatos de calcio tales como rellenos a base de dolomita o carbonato mixto de diversos metales tales como, en particular, calcio asociado con magnesio y análogos, diversos materiales, tales como talco o análogos, y mezclas de estos rellenos, tales como, por ejemplo mezclas de talco-carbonato de calcio o carbonato de calcio-caolín, o mezclas de carbonato de calcio natural con hidróxido de aluminio, mica o con fibras sintéticas o naturales o co-estructuras de minerales, tales como talco-carbonato de calcio o co-estructuras de talco-dióxido de titanio.

15 Durante mucho tiempo, ha sido bastante común el uso en un proceso de molienda en húmedo, como un agente auxiliar de molienda, polímeros solubles en agua a base de ácido poliacrílico parcial o totalmente neutralizado o sus derivados (Documentos EP 0 046 573, EP 0 100 947, EP 0 100 948, EP 0 129 329, EP 0 261 039, EP 0 516 656, EP 0 542 643, EP 0 542 644) para proporcionar suspensiones acuosas minerales que cumplen con los criterios requeridos de refinamiento y de viscosidad, pero estos agentes auxiliares de molienda son mayormente polimerizados en presencia de solventes orgánicos como isopropanol o en presencia de gran cantidad de catalizadores, que son perjudiciales para el medio ambiente y pueden ser peligrosos para el usuario, mientras que las regulaciones ambientales están exigiendo más y más bajos niveles de COV y bajo contenido de contaminantes y/o subproductos tóxicos.

20 El experto en la materia conoce otro tipo de solución descrita en el documento WO 02/49766, EP 0 850 685, WO 2008/010055, WO 2007/072168 para obtener suspensiones acuosas de material mineral refinado, con una concentración de materia seca que puede ser elevada, mientras que tiene una viscosidad de Brookfield™ baja que permanece estable en el tiempo. Este tipo conocido de solución describe el uso de dispersantes específicos como copolímeros de ácido acrílico con ácido maleico o como una tasa particular de neutralización o como el uso de compuesto de flúor inorgánico utilizado para poner en suspensión acuosa de las partículas minerales que surgen de la etapa de concentración mecánica y/o térmica luego de una etapa de molienda en húmedo a un bajo contenido de sólidos sin el uso de agente dispersante ni auxiliar de molienda.

25 En consecuencia, existe una necesidad para la producción de suspensiones de material mineral reológicamente estables que comprenden polímeros orgánicos con contenido reducido de COV, mientras que mantienen la estabilidad reológica.

35 Con respecto a este problema del contenido de COV, el experto conoce las soluciones descritas en el documento WO 2005/095466 y en el documento WO 2006/024706 que proporcionan polímeros solubles en agua hechos en agua, pero por la técnica de polimerización por radicales controlada de RAFT (Transferencia por Fragmentación y Adición Reversible) que tiene la desventaja de contener sub-productos que contienen átomos de azufre libres o CS₂ o H₂S que son tóxicos y peligrosos para los usuarios finales, en particular durante la producción de suspensiones acuosas de material mineral.

40 Además, el experto en la técnica conoce el documento US 3.006.779, el cual describe una solución completamente diferente basada en un dispersante inorgánico que consiste en una mezcla homogénea de vidrio de fosfato de sodio, óxido de zinc y un hidróxido o sal de potasio o de litio.

45 Por último, la tesis titulada "Influencia de la adsorción polielectrolítica sobre la reología de la dispersión de calcita concentrada" ("Influence of polyelectrolyte adsorption on rheology of concentrated calcite dispersion" Robert Petzenhauser – 1993), que estudia la influencia de diferentes poliácridatos con respecto a la suspensión de calcita, confirma que las dificultades son existentes en cuanto a la estabilidad de la viscosidad de las suspensiones resultantes con todos los poliácridatos estudiados, incluyendo poliácridatos de litio.

50 En consecuencia, ninguna de las soluciones conocidas proporciona al experto una solución para el problema de lograr suspensiones acuosas reológicamente estables de material mineral refinado que permitan el uso de polímeros orgánicos solubles en agua con un nivel reducido de COV, con una concentración de materia seca que pueda ser alta, mientras que tiene a la vez una viscosidad de Brookfield™ baja que permanece estable en el tiempo, un contenido reducido de dispersante y/o agente auxiliar de molienda y/o contenido de sólidos térmicamente y/o mecánicamente aumentado.

De acuerdo con una forma de realización de la presente invención, la mezcla puede llevarse a cabo durante al menos 1 s, preferentemente durante al menos 1 min, por ejemplo, durante al menos 15 min, 30 min, 1 hora, 2 horas, 4 horas, 6 horas, 8 horas, o 10 horas.

5 De acuerdo con una forma de realización opcional de la presente invención, el método comprende la etapa adicional de calentamiento de la mezcla de la etapa d) y/o e) entre 50°C y 120°C, preferentemente entre 60°C y 110°C, y del modo más preferido entre 70°C y 105°C durante y/o después de la etapa d) y/o e), por ejemplo, mediante el uso de la cizalla interna o por una fuente externa o una combinación de las mismas.

10 De acuerdo con una forma de realización de la presente invención, la solución acuosa de al menos un polímero de la etapa c), en una primera etapa, se mezcla con el material que contiene el carbonato de calcio de la etapa a), y luego, en un segundo paso con el agua de la etapa b).

De acuerdo con una forma de realización ejemplar de la presente invención, la solución acuosa de al menos un polímero de la etapa c) se mezcla con el material mineral de la etapa d).

15 De acuerdo con otra forma de realización de la presente invención, la solución acuosa de al menos un polímero de la etapa c), en una primera etapa, se mezcla con el agua de la etapa b), y, a continuación, la solución obtenida se mezcla con el material mineral de etapa a).

De acuerdo con otra forma de realización de la presente invención, la solución acuosa de al menos un polímero de la etapa c) y el material mineral de la etapa a) se mezclan en un solo paso con el agua de la etapa b).

20 De acuerdo con una forma de realización preferida de la presente invención, el método para producir una suspensión acuosa de material mineral con una mejor estabilidad reológica que comprende los polímeros orgánicos con contenido reducido de COV comprende una etapa de molienda f), en la cual la etapa e) se puede realizar antes, durante y/o después de la etapa f).

Como una forma de realización ejemplar, el material mineral de la etapa a) contiene un carbonato de calcio molido que se obtiene por molienda en húmedo de un material que contiene carbonato de calcio y la etapa e) se lleva a cabo antes y/o durante y/o después de la molienda en húmedo del material que contiene carbonato de calcio.

25 En general, la etapa de molienda puede llevarse a cabo con cualquier dispositivo de molienda convencional, por ejemplo, en condiciones tales que el refinamiento predominantemente resulta de impactos con un cuerpo secundario, es decir, en uno o más de: un molino de bolas, un molino de barras, un molino de vibración, un triturador de rodillos, un molino centrífugo de impacto, un molino de bolas vertical, un molino de atrición, un molino de púas, un molino de martillo, un pulverizador, una trituradora, un desagrupador, un cortador de cuchillo, u otro equipo conocido por el experto en la materia. Sin embargo, se puede utilizar cualquier otro dispositivo que sea capaz de dividir las partículas compuestas que contienen carbonato de calcio formadas durante las etapas del método d) y/o e) de esta forma de realización ejemplar en partículas más pequeñas.

30

35 Sin embargo, generalmente, la etapa de molienda f) se lleva a cabo preferentemente en un molino de bolas, preferentemente en combinación con un dispositivo de ciclón que re-circula aglomerados y/o agregados formados durante la mezcla de vuelta a la entrada del dispositivo de molienda. Un dispositivo de ciclón permite la separación de material en partículas, tales como partículas, aglomerados o agregados, en fracciones de material en partículas más pequeño y más grande sobre la base de la gravedad.

40 En el caso de que el material mineral sea un polvo mineral que contiene carbonato de calcio y comprende un material mineral que contiene carbonato de calcio molido en húmedo, la etapa de molienda puede llevarse a cabo bajo condiciones tales que se realiza la molienda autógena y/o por molienda de bolas horizontal, y/u otro de dichos procesos conocidos por el experto. El carbonato de calcio molido procesado en húmedo que contiene material mineral obtenido de este modo se puede lavar y deshidratar por procesos bien conocidos, por ejemplo, mediante floculación, filtración o evaporación forzada antes del secado.

45 Además, puede ser ventajoso que la suspensión acuosa de material mineral obtenida de la etapa e) o f) se filtre y/o se concentre en una etapa adicional g).

El "filtrado" en el contexto de la presente invención se lleva a cabo por los dispositivos conocidos para "filtrado" como tamices, centrifugadoras de gravilla, ciclones, clasificadores, etc. Por "filtrado" tiene que ser entendido una beneficiación mediante la eliminación de las partículas gruesas que tienen un tamaño de partícula de más de 45 µm.

50 La "concentración" se lleva a cabo, por ejemplo, por una concentración térmica o una concentración mecánica, tal como por medio de una centrífuga, filtro-prensa, tubo-prensa o separación térmica o una combinación de los mismos.

- De acuerdo con otra forma de realización opcional de la presente invención, el método comprende la etapa adicional de calentamiento de la mezcla de la etapa d) y/o e) entre 50°C y 120°C, preferentemente entre 60°C y 110°C y del modo más preferido entre 70°C y 105°C durante y/o después de la etapa d) y/o e), y además, la mezcla de la etapa d) y/o e) se concentra y/o muele durante el calentamiento. El calentamiento puede llevarse a cabo mediante el uso de una cizalla interna o por una fuente externa o una combinación de las mismas.
- De acuerdo con incluso otro aspecto de la presente invención, se proporciona un método para la producción de partículas compuestas que comprende las etapas a) a e) y/o f) y/o g) del método de la invención para la producción de una suspensión acuosa con una estabilidad reológica mejorada que comprende un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico con un contenido reducido de COV y una etapa adicional h) de secado de la suspensión obtenida.
- El "secado" en el contexto de la presente invención se implementa por los dispositivos bien conocidos para el "secado", como secadores de jet, secadores de pulverización, etc.
- La etapa subsiguiente de secado puede llevarse a cabo en una sola etapa tal como secado por pulverización, o en al menos dos etapas.
- También es común que dicho material mineral se someta a un paso de beneficiación (tal como una flotación, blanqueo o etapa de separación magnética para eliminar las impurezas.
- Incluso otro aspecto de la presente invención es el uso de la suspensión acuosa de material mineral de la invención que se proporciona en aplicaciones de papel, plásticos, pintura, recubrimientos, concreto y/o agricultura y/o aplicaciones de ciencias de la vida como tratamiento de agua, detergente, cosméticos, alimento y pienso, en donde preferentemente la suspensión acuosa se utiliza en el proceso final en húmedo de una máquina de papel, en papel de cigarrillos, cartón, y/o aplicaciones de recubrimiento, o como un soporte para huecograbado y/o impresiones offset y/o de chorro de tinta y/o de chorro de tinta continuo y/o flexografía y/o electrofotografía y/o superficies de decoración, o la suspensión acuosa se utiliza para reducir la luz del sol y la exposición a UV de hojas de la planta.
- Se definen formas de realización ventajosas de la presente invención en las reivindicaciones dependientes correspondientes.
- En este sentido "solución acuosa de un polímero de ácido acrílico o ácido metacrílico" significa una solución de un polímero de ácido acrílico y/o ácido metacrílico en donde el agua es el solvente.
- El "contenido de COV" significa el contenido de cualquier compuesto orgánico que tenga un punto de ebullición inicial inferior o igual a 250°C medido a una presión atmosférica estándar de 101,3 kPa.
- El "contenido reducido de COV" significa que el contenido de COV es menor que el contenido convencional de un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico, y es preferentemente ≤ 20 mg/kg, preferentemente < 5 mg/kg, más preferentemente < 1 mg/kg, del modo más preferido $< 0,2$ mg/kg de la suspensión acuosa de material mineral.
- En una forma de realización preferida, al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico presenta un contenido reducido de sub-productos que contienen átomos de azufre contaminantes libres. Esto significa que el contenido de sub-productos que contienen átomos de azufre los cuales están libres están presentes en una solución del polímero que es menor que el contenido convencional de un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico, y es preferentemente menor que 0,1% en moles en relación con la cantidad total de polímero tal como se mide por espectroscopia de resonancia magnética nuclear de difusión.
- Los "sub-productos" significan los productos resultantes de la degradación de los agentes de transferencia y/o de los compuestos de fórmula (I) presentes durante el proceso de polimerización.
- "Peso molecular de peso P_M " significa el promedio en peso de los pesos moleculares determinados mediante la utilización del método de cromatografía de exclusión por tamaño (SEC) que se describe en la sección experimental.
- "Índice de polidispersidad I_p " significa el peso molecular promedio en peso P_M dividido por el peso molecular promedio en número M_n de modo que corresponde a la distribución del peso molecular de las diferentes macromoléculas dentro del polímero.
- Preferentemente, las suspensiones acuosas de materiales minerales de acuerdo con la invención son suspensiones de alto contenido de sólidos. El término "suspensión acuosa de material mineral de alto contenido de sólidos" significa suspensiones que tienen un contenido de sólidos de al menos 10% en peso, preferentemente al menos 45% en peso, en base al peso total de la suspensión acuosa. De acuerdo con una forma de realización preferida, la suspensión acuosa de acuerdo con la presente invención tiene un contenido de sólidos de 45 a 82% en peso, preferentemente de 60 a 78% en peso, y más preferentemente de 70 a 78% en peso, en base al peso total de la suspensión acuosa.

Preferentemente, las suspensiones acuosas de materiales minerales de acuerdo con la invención son suspensiones acuosas de baja viscosidad. El término "suspensión acuosa de baja viscosidad" significa que la viscosidad de Brookfield de la suspensión acuosa se encuentra entre 25 y 4000 mPa • s, preferentemente entre 25 y 2000 mPa • s, muy preferentemente entre 25 y 1000 mPa • s, medidos a 20°C.

5 La "estabilidad reológica" o "reológicamente estable" significa que la viscosidad inicial de Brookfield™ de la suspensión acuosa de material mineral después de 1 hora de la producción se encuentra por debajo de 4000 mPa • s, preferentemente por debajo de 2000 mPa • s, más preferentemente por debajo de 1000 mPa • s, medida después de 1 minuto de agitación mediante el uso de un viscosímetro de Brookfield™ modelo RVT a temperatura ambiente y una velocidad de rotación de 100 rpm (revoluciones por minuto) con el husillo apropiado, y que la viscosidad de
10 Brookfield™ de la suspensión acuosa de material mineral después de 8 días de almacenamiento sin agitación está por debajo de 4000 mPa • s, preferentemente por debajo de 2000 mPa • s, más preferentemente por debajo de 1000 mPa • s medida después de 1 minuto de agitación mediante el uso de un viscosímetro de Brookfield™ modelo RVT a temperatura ambiente y una velocidad de rotación de 100 rpm con el husillo apropiado.

15 De acuerdo con una forma de realización preferida, el material mineral se selecciona entre mineral que contiene carbonato de calcio como carbonato de calcio natural, carbonato de calcio sintético, carbonato de calcio modificado en la superficie y rellenos análogos diversos que contienen carbonatos de calcio tales como dolomita o rellenos a base de carbonato mixto de materia diversa, tal como arcilla o talco o análogos o mezclas con fibras sintéticas o naturales, materia diversa tal como talco o análogos; mica, arcilla, dióxido de titanio, etc., y preferentemente
20 seleccionada del grupo que comprende carbonato de calcio natural (GCC), tal como el mármol, tiza, piedra caliza y/o calcita, carbonato de calcio precipitado (PCC), tal como PCC aragonítico, PCC vaterítico y/o PCC calcítico, especialmente PCC prismático, romboédrico o escalenoédrico; carbonato de calcio de superficie modificada, dolomita, talco, bentonita, arcilla, magnesita, satén blanco; sepiolita, huntita, diatomita; silicatos, y mezclas de los mismos.

25 Se entiende que el carbonato de calcio molido (o natural) (GCC) es una forma natural de carbonato de calcio, que se extrae a partir de rocas sedimentarias tales como la piedra caliza o tiza, o a partir de rocas metamórficas de mármol. Se sabe que el carbonato de calcio existe como tres tipos de polimorfos de cristal: calcita, aragonita y vaterita. Se considera que la calcita, el polimorfo cristalino más común, es la forma cristalina más estable de carbonato de calcio. Menos común es aragonita, que tiene una estructura cristalina ortorrómbica de aguja discreta o agrupada. La vaterita es el polimorfo carbonato de calcio más raro y es generalmente inestable. El carbonato de calcio molido es
30 casi exclusivamente del polimorfo calcítico, que se dice que es trigonal-romboédrico y representa el más estable de los polimorfos de carbonato de calcio. El término "fuente" del carbonato de calcio en el sentido de la presente solicitud se refiere al material mineral natural del que se obtiene el carbonato de calcio.

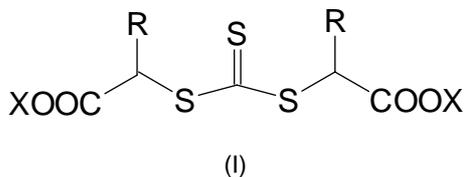
La fuente del carbonato de calcio puede comprender además componentes de origen natural, tales como carbonato de magnesio, silicato de aluminio, etc.

35 De acuerdo con una forma de realización, el material que contiene carbonato de calcio comprende un carbonato de calcio molido. De acuerdo con otra forma de realización de la presente invención, el material que contiene carbonato de calcio comprende una mezcla de dos o más carbonatos de calcio molido seleccionados de diferentes fuentes de carbonato de calcio molido. Por ejemplo, al menos un carbonato de calcio molido puede comprender un GCC seleccionado a partir de dolomita y un CCG seleccionado de mármol.

40 De acuerdo con otra forma de realización, el material que contiene carbonato de calcio se compone de un solo carbonato de calcio molido. De acuerdo con otra forma de realización de la presente invención, el material que contiene carbonato de calcio consiste en una mezcla de dos o más carbonatos de calcio molido seleccionados de diferentes fuentes de carbonato de calcio molido.

45 "Carbonato de calcio precipitado" (PCC) en el sentido de la presente invención es un material sintetizado, generalmente obtenido por precipitación después de una reacción de dióxido de carbono e hidróxido de calcio (cal hidratada) en un medio acuoso o por precipitación de un calcio – y una fuente de iones carbonato en agua, por ejemplo CaCl_2 y Na_2CO_3 , fuera de la solución. Además, el carbonato de calcio precipitado también puede ser el producto de la introducción de sales de carbonato y calcio, cloruro de calcio y carbonato de sodio, por ejemplo, en un entorno acuoso. Además las posibles formas de producción de PCC son el proceso de la cal sodada, o el
50 proceso de Solvay en el cual PCC es un subproducto de la producción de amoníaco. El carbonato de calcio precipitado existe en tres formas cristalinas primarias: calcita, aragonita y vaterita, y hay muchos polimorfos diferentes (hábitos cristalinos) para cada una de estas formas cristalinas. La calcita tiene una estructura trigonal con los hábitos cristalinos típicos tales como escalenoédricos (S-PCC), romboédricos (R-PCC), hexagonal prismáticos, pinacoidales, coloidales (C-PCC), cúbicos y prismáticos (P-PCC). La aragonita es una estructura ortorrómbica con los hábitos cristalinos típicos de cristales prismáticos hexagonales emparejados, así como una amplia variedad de
55 cristales con forma prismática alargada delgada, curva aplanada, piramidal pronunciada, en forma de cincel, de árbol ramificado, y tipo coral o gusano. La vaterita pertenece al sistema cristalino hexagonal. La suspensión de PCC obtenida se puede secar y deshidratar mecánicamente. PCC puede ser vaterita, calcita o aragonita.

- 5 De acuerdo con una forma de realización de la presente invención, el material que contiene carbonato de calcio comprende un carbonato de calcio precipitado. De acuerdo con otra forma de realización de la presente invención, el material que contiene carbonato de calcio comprende una mezcla de dos o más carbonatos de calcio precipitados seleccionados de diferentes formas cristalinas y diferentes polimorfos de carbonato de calcio precipitado. Por ejemplo, al menos un carbonato de calcio precipitado puede comprender un PCC seleccionado de S-PCC y un PCC seleccionado de R-PCC.
- 10 De acuerdo con otra forma de realización, el material que contiene carbonato de calcio se compone de sólo un carbonato de calcio precipitado. De acuerdo con otra forma de realización, el material que contiene carbonato de calcio es una mezcla de dos o más carbonatos de calcio precipitados seleccionados de diferentes formas cristalinas y diferentes polimorfos de carbonato de calcio precipitado. Por ejemplo, el carbonato de calcio precipitado, al menos uno, puede comprender un PCC seleccionado de S-PCC y un PCC seleccionado de R-PCC.
- 15 De acuerdo con otra forma de realización, el material que contiene carbonato de calcio consiste sólo en un carbonato de calcio.
- 20 De acuerdo con otra forma de realización, el material que contiene carbonato de calcio es una mezcla de carbonato de calcio molido y carbonato de calcio precipitado.
- 25 Además de carbonato de calcio, el material que contiene el carbonato de calcio puede comprender además partículas de calcio asociadas con magnesio y análogos o derivados, diversos silicatos tales como arcilla, por ejemplo, arcilla de caolín y/o talco y/o mica y/o análogos o derivados, y mezclas de estos rellenos, tales como, por ejemplo, mezclas de talco-carbonato de calcio o carbonato de calcio-caolín, o pueden comprender, además, óxidos metálicos tales como dióxido de titanio y/o trióxido de aluminio, hidróxidos de metales, tales como tri-hidróxido de aluminio, sales de metales tales como carbonatos sulfatos tales como carbonato de magnesio y/o yeso, blanco satén y mezclas de los mismos.
- 30 Más preferentemente, es un GCC elegido entre mármol, tiza, calcita o piedra caliza o un PCC elegido entre PCC aragonítico o PCC calcítico como PCC romboédrico o PCC escalenoédrico, o mezclas de los mismos.
- 35 De acuerdo con una forma de realización, la cantidad de carbonato de calcio en el material que contiene carbonato de calcio es al menos 80% en peso, preferentemente al menos 95% en peso, más preferentemente entre 97 y 100% en peso, y del modo más preferido-entre 98,5 y 99,95% en peso, en base al peso total del material que contiene carbonato de calcio.
- 40 De acuerdo con otra forma de realización, el material mineral tiene un tamaño medio de partícula de peso d_{50} de 0,1 a 100 μm , preferentemente de 0,25 a 50 μm , más preferentemente de 0,3 a 5 μm , y del modo más preferido de 0,4 a 3,0 μm determinado como se menciona en la sección experimental.
- 45 El contenido de sólidos de la suspensión acuosa obtenida por el método de la invención se puede ajustar mediante los métodos conocidos por los expertos. Para ajustar el contenido de sólidos de una suspensión que comprende el material mineral acuoso, la suspensión puede ser parcial o totalmente deshidratada por una filtración, centrifugación o proceso de separación térmica. Por ejemplo, la suspensión puede ser parcial o totalmente deshidratada por un proceso de filtración, tal como la nanofiltración o un proceso de separación térmica, tal como un proceso de evaporación. Alternativamente, se puede agregar agua al material mineral sólido hasta que se obtiene el contenido de sólidos deseado. Adicional o alternativamente, se puede agregar una suspensión que tiene un contenido inferior adecuado de partículas sólidas al material en partículas de la suspensión mezclada hasta que se obtiene el contenido de sólidos deseado.
- 50 De acuerdo con otra forma de realización, la suspensión acuosa tiene un contenido de sólidos de 10 a 82% en peso, preferentemente de 45 a 82% en peso, más preferentemente de 60 a 78 en peso %, y del modo más preferido de 70 a 78% en peso, en base al peso total de la suspensión acuosa.
- De acuerdo con otra forma de realización, la suspensión acuosa tiene un pH de 7 a 12, preferentemente de 7,5 a 11, y más preferentemente de 8,5 a 10 determinado como se ha mencionado en la sección experimental.
- De acuerdo con la invención, al menos un polímero orgánico con un COV reducido es un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico que tiene un peso molecular en peso P_M en el rango de 800 a 8000 g/mol, y un índice de polidispersidad I_p en el intervalo desde 2 a 3, y se prepara por polimerización en agua en presencia de un compuesto de la fórmula (I)



donde

- 5 – X representa Li, Na, K o H, y
- R representa una cadena de alquilo que comprende de 1 a 5 átomos de carbono y en donde el porcentaje en peso (peso/peso) entre el compuesto de fórmula (I) y dicho(s) monómero(s) está en el intervalo de 0,1 a 2,5%, preferentemente de 0,15 a 1,5 %.
- La polimerización puede llevarse a cabo en presencia de un iniciador de la polimerización.
- 10 El polímero de ácido acrílico y/o metacrílico contiene preferentemente no más de 0,1% en moles de sub-producto CS₂, preferentemente menos de 0,05% en moles, muy preferentemente menos de 0,01% en moles.
- Se ha de señalar que dicho polímero puede ser total o parcialmente neutralizado por agentes de neutralización que tienen una función neutralizante monovalente o una función neutralizante polivalente, tal como, para la función monovalente, los seleccionados de entre el grupo constituido por los cationes alcalinos, en particular litio, sodio, potasio, amonio o las aminas alifáticas primarias, secundarias o terciarias y/o cíclicas tales como la estearilamina, las etanolaminas (mono-, di-, trietanolamina), mono y dietilamina, ciclohexilamina, metilciclohexilamina, aminometilpropanol, morfolina o, para la función polivalente, las seleccionadas de entre el grupo constituido por cationes divalentes alcalinotérreos, en particular magnesio y calcio, o zinc o estroncio, y de los cationes trivalentes, como, en particular, aluminio, o de ciertos cationes de valencia superior, y mezclas de los mismos.
- 15
- 20 De acuerdo con otra forma de realización, al menos un polímero orgánico con un contenido reducido de COV está presente en una cantidad de 0,01 a 10% en peso, en base al peso total de los sólidos en la suspensión, preferentemente de 0,05 a 5% en peso, más preferentemente de 0,1 a 3,0% en peso, incluso más preferentemente de 0,2 a 2,0% en peso, y del modo más preferido de 0,25 a 1,5% en peso o de 0,5 a 1,25% en peso.
- De acuerdo con otra realización, al menos un polímero orgánico con un contenido reducido de COV está presente en una cantidad tal que la suspensión acuosa obtenida tiene una viscosidad de Brookfield™ entre 25 y 4000 mPa • s medida a 20°C, preferentemente entre 30 a 2000 mPa • s medida a 20°C, y del modo más preferido entre 35 a 1000 mPa • s medida a 20°C.
- 25
- Una "suspensión" o "pasta aguada" en el sentido de la presente invención comprende sólidos insolubles y agua, y opcionalmente aditivos adicionales, y por lo general contiene grandes cantidades de sólidos y, por lo tanto, es más viscosa y puede ser de mayor densidad que el líquido del cual se forma.
- 30
- A lo largo del presente documento, el "tamaño de partícula" de un material que contiene carbonato de calcio se describe por su distribución de tamaños de partículas. El valor d_x representa el diámetro con relación al cual x % en peso de las partículas tienen diámetros de menos de d_x. Esto significa que el valor d₂₀ es el tamaño de partícula al cual el 20% en peso de todas las partículas son más pequeñas, y el valor de d₇₅ es el tamaño de partícula en el cual el 75% en peso de todas las partículas son más pequeñas. El valor de d₅₀ es por lo tanto el tamaño medio de partícula de peso, es decir, el 50% en peso de todos los granos son más grandes o más pequeños que este tamaño de partícula. Para el propósito de la presente invención el tamaño de partícula se especifica como la mediana en peso del tamaño de partícula d₅₀ a menos que se indique lo contrario. Para determinar el valor de la mediana en peso del tamaño de partícula d₅₀ para las partículas que tienen un valor d₅₀ entre 0,4 y 2 μm, puede ser utilizado un dispositivo Sedigraph 5120 de Micromeritics Company, Estados Unidos.
- 35
- 40
- La viscosidad de Brookfield™ se define como la viscosidad medida con un viscosímetro de Brookfield a 20°C ± 2°C a 100 rpm y se especifica en mPa • s.
- De acuerdo con la presente invención, el "valor absoluto" o "módulo" de un número real es el valor numérico del número real sin lo que respecta a su signo.
- 45
- Cuando el término "que comprende" se utiliza en la presente descripción y reivindicaciones, no excluye otros elementos. Para los fines de la presente invención, el término "que consiste en" se considera que es una forma de realización preferida de la expresión "que comprende de". Si se define en lo sucesivo, un grupo que comprende al

menos un cierto número de formas de realización, esto también se debe entender que revela un grupo, que consiste preferentemente sólo de estas formas de realización.

Cuando se utiliza un artículo indefinido o definido al referirse a un sustantivo singular, por ejemplo, "un", "uno/a" o "el/la", éste incluye la forma plural de ese sustantivo a menos que se especifique algo diferente.

- 5 Los términos tales como "obtenible" o "definible" y "obtenido" o "definido" se utilizan indistintamente. Esto, por ejemplo, significa que, a menos que el contexto indique claramente lo contrario, el término "obtenido" no significa que indica, por ejemplo, que una forma de realización debe ser obtenida mediante, por ejemplo, la secuencia de las etapas que siguen al término "obtenido", aunque dicho entendimiento limitado siempre se incluye por los términos "obtenido" o "definido" como una forma de realización preferida.
- 10 El alcance y el interés de la invención se comprenderán mejor en base a los siguientes ejemplos y figuras que están destinados a ilustrar ciertas formas de realización de la invención y no son limitativos.

Descripción de la figura:

La figura 1 muestra los espectros GC/MS que ilustran la reducción de COV en el ejemplo 2 de la invención en comparación con el ejemplo comparativo 1.

15 Ejemplos

1. Métodos de medición

Medición del pH

- 20 Se midió el pH a 25°C utilizando un medidor de pH Mettler Toledo Seven Easy y un electrodo de pH Mettler Toledo InLab® Expert Pro. Una calibración de tres puntos (de acuerdo con el método de segmento) del instrumento se hizo primero usando soluciones de regulador de pH comercialmente disponibles que tienen valores de pH de 4, 7 y 10 a 20°C (de Aldrich). Los valores de pH reportados fueron los valores de punto final detectados por el instrumento (el punto final fue cuando la señal medida difería en menos de 0,1 mV del promedio en los últimos 6 segundos).

Distribución de tamaño de partícula (% en masa de partículas con un diámetro < X) y la mediana en peso del diámetro de grano (d_{50}) de material en forma de partículas

- 25 La mediana en peso del diámetro de grano y la distribución de la masa de diámetro de grano de un material en partículas se determinaron mediante el método de sedimentación, es decir, un análisis del comportamiento de sedimentación en un campo gravimétrico. La medición se realizó con un Sedigraph™ 5120.

- 30 El método y el instrumento son conocidos por el experto en la materia y se usan comúnmente para determinar el tamaño de grano de rellenos y pigmentos. La medición se llevó a cabo en una solución acuosa de 0,1% en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras fueron dispersadas usando un agitador de alta velocidad y de ultrasónico.

Sólidos en peso (% en peso) de un material en suspensión

Los sólidos en peso se determinaron dividiendo el peso del material sólido por el peso total de la suspensión acuosa. El contenido de sólidos en peso se determinó utilizando un Analizador de Humedad MJ 33, Mettler Toledo.

Medición del área de superficie específica (BET)

- 35 El área de superficie específica (en m^2/g) del relleno mineral se determinó usando nitrógeno y el método BET, que es bien conocido para el experto (ISO 9277:1995). El área de superficie total (en m^2) del relleno mineral se obtuvo entonces mediante la multiplicación de la superficie específica y la masa (en g) del relleno mineral. El método y el instrumento son conocidos por el experto en la materia y se usan comúnmente para determinar la superficie específica de los rellenos y pigmentos.

40 Viscosidad de Brookfield

- 45 La viscosidad de Brookfield se midió después de 1 minuto de agitación mediante el uso de un viscosímetro de Brookfield™ modelo RVT a una temperatura de 20°C ($\pm 2^\circ\text{C}$), y una velocidad de rotación de 100 rpm (revoluciones por minuto) con el husillo de disco apropiado de N° 1 a 5. En los siguientes ejemplos se midió la viscosidad de Brookfield durante y después de la adición del polímero a las suspensiones acuosas para determinar la cantidad de polímero realmente necesaria para obtener una viscosidad de Brookfield dentro de un rango definido.

Peso molecular en peso P_M por GPC (SEC)

ES 2 587 504 T3

Una porción de prueba de la solución de polímero correspondiente a 90 mg de materia seca se introduce en un matraz de 10 ml. La fase móvil, con un 0,04% en peso adicional de dimetilformamida, se agrega, hasta que se alcanza una masa total de 10 g. La composición de esta fase móvil a pH 9 es la siguiente: NaHCO₃: 0,05 mol/l, NaNO₃: 0,1 mol/l, trietanolamina: 0,02 mol/l, 0,03% en peso de NaN₃.

- 5 El equipo de SEC consta de una bomba isocrática de Waters™ tipo 515, cuyo caudal se establece en 0,8 ml/min, un Waters™ 717 + cambiador de muestras, un horno que contiene una precolumna del tipo "Guard Column Ultrahydrogel Waters™" que es de 6 cm de longitud y tiene un diámetro interno de 40 mm, seguido por una columna lineal del tipo "Ultrahydrogel Waters™", que es de 30 cm de longitud y tiene un diámetro interno de 7,8 mm.

- 10 La detección se realiza por medio de un refractómetro diferencial tipo Waters™ 410. El horno se calienta a una temperatura de 60°C y el refractómetro se calienta a una temperatura de 45°C.

SEC se calibra con una serie de patrones de poliacrilato de sodio suministrado por Polymer Standard Service que tiene un peso molecular máximo de entre 2000 y $1 \cdot 10^6$ g/mol y un índice de polidispersidad de entre 1,4 y 1,7 y también con un poliacrilato de sodio de peso molecular promedio en peso de 5600 g/mol y el índice de polidispersidad igual a 2,4.

- 15 El gráfico de calibración es de tipo lineal y tiene en cuenta la corrección obtenida usando el marcador de caudal (dimetilformamida).

La adquisición y el procesamiento del cromatograma se llevan a cabo a través del uso de PSS WinGPC Scientific aplicación v. 4.02. El cromatograma obtenido se incorpora en el área que corresponde a pesos moleculares superiores a 65 g/mol.

- 20 Medición de COV (expresado como contenido de isopropanol/acetona)

Los compuestos volátiles en la suspensión se midieron por mediciones de GC/MS utilizando el siguiente equipo y parámetros.

- 25 Para este propósito, se colocó aproximadamente 0,2 g de suspensión de carbonato en un vial de espacio superior de CG y se mezcló con aproximadamente 50 mg de sulfato de sodio anhidro. Después de cerrar el vial, de la muestra se analizó por GC/MS de espacio superior tal como se describe a continuación.

Modo de espacio superior

HS TurboMatrix 40 Trap Perkin Elmer

Modo de Temperatura: Horno 90°C, aguja 100°C, transferencia 110°C, Trampa baja 40°C, Trampa alta 280°C.

Tiempo: Thermo 20,0 min, Retraso: 0,8 min, Presurizar 1,0 min, Purga en seco 5,0 min, Desorción 0,1 min,

- 30 Trampa mantenida 5,0 min

Columna: 107 kPa, Vial: 107 kPa, desorción: 107 kPa

Método GC AutoSystem XL Perkin Elmer

Columna: Optima 5 MS 1,0 µm, 50m * 0,32 mm, Macherey –Nagel

Inyector 130°C, con división

- 35 Temp.: 50°C 3,0 min, 10°C/min hasta 220°C 5,0 min

Presión: 70 kPa

MS Turbo Mass Perkin Elmer

Retraso de Solvente 0,0 min

Análisis completo 25 a 300 (EI +)

- 40 Peso de la muestra: ca.0,2 g

Análisis de RMN

El análisis de RMN se llevó a cabo por espectroscopía de RMN de difusión.

El porcentaje molar de polímero de ácido acrílico y/o metacrílico, que contiene átomos de azufre libres, se determina por el método de RMN de difusión, que es bien conocido para el experto como el método de DOSY (espectroscopía de difusión ordenada) usando un espectrómetro Bruker AV 500 equipado con un catéter de 5 mm TXI (1H, 13C, 31P).

- 5 Las muestras a analizar se solubilizan en agua pesada antes del examen por RMN ¹H con pre-saturación de la señal del agua y por RMN ¹³C: experiencias 1D y 2D (correlaciones de simple y larga distancia ¹H/¹³C).

2. Preparación de la muestra

Ejemplo 1 (Ejemplo Comparativo = PA 1)

10 Un carbonato de calcio natural de origen italiano se obtuvo por primera molienda en seco autógena en un molino de martillo de rocas de carbonato de calcio de 10 a 300 mm hasta una finura correspondiente a un valor d₅₀ de entre 42 a 48 μm, y, posteriormente, la molienda en húmedo de este producto molido en seco a 55 a 60°C en agua en un molino de atrición vertical de 1,4 litros (Dynomill) a un contenido de peso de sólidos de entre 75 y 76% en peso, que se basa en el peso total de la suspensión, hasta que el 60% tenían un diámetro inferior a 1 μm y d₅₀ fue igual a 0,75 μm. Durante los procesos de molienda, se agregó 1,5% en peso seco, que se basa en el peso total de sólidos en la suspensión de un poliacrilato neutralizado de 50% en moles de sodio – 50% en moles de magnesio, P_M 5500, producido por polimerización radical en agua/isopropanol y se mezcló durante la molienda para obtener una viscosidad de Brookfield entre 100 y 200 mPa • s.

Ejemplo 2 (Ejemplo de la Invención = IN 2)

20 Un carbonato de calcio natural de origen italiano se obtuvo por primera molienda en seco autógena en un molino de martillo de rocas de carbonato de calcio de 10 a 300 mm hasta una finura correspondiente a un valor d₅₀ de entre 42 a 48 μm, y, posteriormente, la molienda en húmedo de este producto molido en seco a 55 a 60°C en agua en un molino de atrición vertical de 1,4 litros (Dynomill) a un contenido de sólidos en peso de entre 75 y 76% en peso, basado en el peso total de la suspensión 60% tenían un diámetro inferior a 1 μm y d₅₀ igual a 0,75 μm. Durante los procesos de molienda, se agregó 1,5% en peso seco, basado en el peso total de sólidos en la suspensión, de una solución acuosa de un poliacrilato neutralizado de 50% en moles de sodio – 50% en moles de magnesio, que tiene un P_M igual a 5320 g/mol y un I_p de 2,5, producido por polimerización en agua usando 0,28% en peso basado en el peso de ácido acrílico del compuesto de fórmula (I) en donde X representa Na y R es el grupo propilo, y se mezcló durante la molienda para obtener una viscosidad de Brookfield entre 150 y 250 mPa • s.

3. Resultados

30 La distribución de tamaño de partícula después de la molienda se muestra en la Tabla 1:

Tamaño de partícula después de la molienda [μm]	PA 1 [% en peso]	IN 2 [% en peso]
< 3	97,2	98,0
< 2	89,8	91,0
< 1	60,5	62,6
< 0,5	36,5	38,4
< 0,2	18,0	16,5

La eficiencia de la molienda se muestra en la Tabla 2:

Las Tablas 1 y 2 demuestran que el dispersante de la invención funciona igual en lo que respecta a la eficiencia de la molienda y estabilidad de la suspensión en comparación con el arte previo.

Ejemplo	Tiempo de molienda de 1,5 kg de carbonato de calcio seco para alcanzar una finura de 90% en peso < 2 μm	Sólidos [% en peso]
PA 1	33 min	74,0
IN 2	30 min	74,5

35

Las propiedades de dispersión se muestran en la Tabla 3:

ES 2 587 504 T3

La Tabla 3 demuestra que el dispersante de la invención funciona igual a la técnica anterior en lo que respecta a la estabilización de la suspensión.

Muestra	Viscosidad de Brookfield a 100 rpm 1 hora después de la producción	Viscosidad de Brookfield a 100 rpm 24 horas después de la producción
PA 1	185	176
IN 2	165	172

La reducción de COV se muestra en la Tabla 4:

- 5 La Tabla 4 y la Figura 1 muestran el contenido reducido de COV tal como fue medido en la suspensión para el ejemplo de la invención 2 vs el ejemplo 1 de la técnica anterior.

Ejemplo	COV expresado como contenido de acetona/isopropanol
PA 1	gran pico de 245'469 unidades de área detectado a 3,53 min por GC y se identificó como mezcla de acetona/isopropanol por MS
IN 2	pico muy pequeño de 885 unidades de área detectado entre 3,5 y 3,6 minutos por GC y se identificó como mezcla de acetona/isopropanol por MS correspondiente a <0,5% del % de área en comparación con PA 1

Una curva de calibración para el isopropanol (IPA) se realizó mediante el uso de isopropanol puro en agua, la inyección de diferentes volúmenes en los viales:

Conc. de IPA en µg	Área bajo el pico
0	0
1,031	33999
5,006	164726
10,35	320763
14,998	467117

10

Muestra de la técnica anterior PA 1

El uso de la calibración para calcular el valor absoluto correspondiente a las 245'469 unidades de área de "PA 1" es igual a 7,9 µg de isopropanol, que es igual a 39,6 mg/kg de isopropanol/acetona en la suspensión.

Muestra de la invención IN 2

- 15 El uso de la calibración para calcular el valor absoluto correspondiente a las 885 unidades de área de "IN 2" es igual a 0,025 µg de isopropanol, que es igual a 0,12 mg/kg de isopropanol/acetona en la suspensión.

REIVINDICACIONES

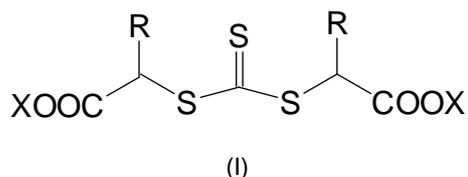
1. Una suspensión acuosa de material mineral reológicamente estable que comprende

a) al menos un material mineral, y

b) al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico,

5 en donde al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico

– se obtiene por polimerización de monómero(s) de ácido acrílico y/o metacrílico en agua usando un compuesto de fórmula (I)



10 en donde

– X representa Li, Na, K o H, y

– R representa una cadena de alquilo que comprende de 1 a 5 átomos de carbono, y

en donde el compuesto de fórmula (I) se utiliza en una cantidad de 0,1 a 2,5% en peso, basado en el peso de dicho(s) monómero(s) ;

15 – tiene un peso molecular en peso P_M de 800 a 8000 g/mol ;

– tiene un índice de polidispersidad I_p en el intervalo de 2 a 3; y

en donde la suspensión acuosa de material mineral tiene un contenido de compuestos orgánicos volátiles (COV) de ≤ 20 mg/kg.

20 2. La suspensión acuosa de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el material mineral se selecciona de un mineral que contiene carbonato de calcio tal como carbonato de calcio natural, carbonato de calcio sintético, carbonato de calcio de superficie modificada y los rellenos que contienen carbonatos de calcio tales como dolomita o rellenos basados en carbonatos mixtos tales como mezclas con arcilla o talco, o mezclas con fibras sintéticas o naturales; y de talco, mica, arcilla, dióxido de titanio, bentonita, blanco satén magnesita, sepiolita, huntita, diatomitas, silicatos y mezclas de los mismos.

25 3. La suspensión acuosa de acuerdo con la reivindicación 2, en donde la cantidad de carbonato de calcio en el material que contiene carbonato de calcio es al menos 80% en peso, preferentemente al menos 95% en peso, más preferentemente entre 97 y 100% en peso, y de modo más preferido entre 98,5 y 99,95% en peso, basado en el peso total del material que contiene carbonato de calcio.

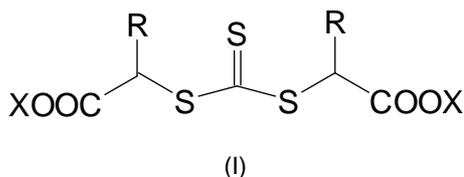
30 4. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el material mineral se selecciona del grupo que comprende carbonato de calcio natural (GCC), tal como mármol, tiza, piedra caliza y/o calcita; carbonato de calcio precipitado (PCC) tal como PCC aragonítico, PCC vaterítico y/o PCC calcítico, especialmente PCC prismático, romboédrico o escalenoédrico y mezclas de los mismos.

35 5. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la suspensión acuosa tiene un contenido de sólidos de 10 a 82% en peso, preferentemente 45 a 82% en peso, más preferentemente 60 a 78% en peso, y de modo más preferido 70 a 78% en peso, en base al peso total de la suspensión acuosa.

6. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 5, en donde el material mineral tiene una mediana en peso de tamaño de partícula d_{50} de 0,1 a 100 μm , preferentemente de 0,25 a 50 μm , más preferentemente de 0,3 a 5 μm , y de modo más preferido de 0,4 a 3,0 μm .

40 7. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la suspensión acuosa tiene un pH de 7 a 12, preferentemente de 7,5 a 11, y más preferentemente de 8,5 a 10.

8. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico se obtiene por polimerización de monómero(s) de ácido acrílico y/o metacrílico en agua usando un compuesto de fórmula (I) en una cantidad de 0,15 a 1,5% en peso en base al peso de dicho(s) monómero(s).
- 5 9. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la suspensión acuosa de material mineral tiene un contenido de compuestos orgánicos volátiles (COV) de < 5 mg/kg, preferentemente de < 1 mg/kg, más preferentemente < 0,2 mg/kg.
10. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico tiene un contenido de sub-productos que contienen átomos de azufre libres de no más de 0,1% en moles.
- 10 11. La suspensión acuosa de acuerdo con la reivindicación 10, en donde al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico contiene no más de 0,1% en moles de sub-producto CS₂, preferentemente menos de 0,05% en moles, muy preferentemente menos de 0,01% en moles.
- 15 12. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico está presente en una cantidad de 0,01 a 3,0% en peso, más preferentemente de 0,2 a 2,0% en peso, y de modo más preferido 0,25 a 1,5% en peso o de 0,5 a 1,25% en peso.
- 20 13. La suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico está presente en una cantidad tal que la suspensión acuosa obtenida tiene una viscosidad entre 25 y 4000 mPa • s medida a 20°C, preferentemente entre 30 y 2000 MPa • s medida a 20°C, y de modo más preferido entre 35 a 1000 mPa • s medida a 20°C.
14. Un método para la producción de una suspensión acuosa de material mineral reológicamente estable que comprende los pasos de
- a) la proporción de al menos un material mineral,
- b) la proporción de agua,
- 25 c) la proporción de una solución acuosa de al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico, el cual
- se obtiene por polimerización de monómero(s) de ácido acrílico y/o metacrílico en agua usando un compuesto de la fórmula (I)



- 30 en donde
- X representa Li, Na, K o H, y
- R representa una cadena de alquilo que comprende de 1 a 5 átomos de carbono, y
- en donde el compuesto de fórmula (I) se utiliza en una cantidad de 0,1 a 2,5% en peso en base al peso de dicho(s) monómero(s) ;
- 35 – tiene un peso molecular en peso P_M de 800 a 8000 g/mol ;
- tiene un índice de polidispersidad I_p en el intervalo de 2 a 3;
- d) la mezcla del material mineral de la etapa a) con el agua de la etapa b),
- e) la mezcla de la solución acuosa de al menos un polímero de la etapa c) con el material mineral antes y/o durante y/o después de la etapa d);
- 40 en donde la suspensión acuosa final de material mineral tiene un contenido de compuestos orgánicos volátiles (COV) de ≤ 20 mg/kg.

- 5 15. El método de acuerdo con la reivindicación 14, en donde el material mineral se selecciona del mineral que contiene carbonato de calcio tal como carbonato de calcio natural, carbonato de calcio sintético, carbonato de calcio de superficie modificada y los rellenos que contienen carbonatos de calcio tales como dolomita o rellenos basados en carbonato mixto tales como mezclas con arcilla o talco, o mezclas con fibras sintéticas o naturales, y de talco, mica, arcilla, dióxido de titanio, bentonita, blanco satén magnesita, sepiolita, huntita, diatomitas, silicatos y mezclas de los mismos.
- 10 16. El método de acuerdo con la reivindicación 15, en donde la cantidad de carbonato de calcio en el material que contiene carbonato de calcio es al menos 80% en peso, preferentemente al menos 95% en peso, más preferentemente entre 97 y 100% en peso, y de modo más preferido entre 98,5 y 99,95% en peso, basado en el peso total del material que contiene carbonato de calcio.
- 15 17. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 16, en donde el material mineral se selecciona entre el grupo que comprende carbonato de calcio natural (GCC), tal como mármol, creta, piedra caliza y/o calcita; carbonato de calcio precipitado (PCC) tal como PCC aragonítico, PCC vaterítico y/o PCC calcítico, especialmente PCC prismático, romboédrico o escalenoédrico y mezclas de los mismos.
- 20 18. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 17, en donde al menos un polímero de ácido acrílico y/o metacrílico se obtiene por polimerización de monómero(s) de ácido acrílico y/o metacrílico en agua usando un compuesto de fórmula (I) en una cantidad de 0,15 a 1,5% en peso que se basa en el peso de dicho(s) monómero(s).
- 25 19. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 18, en donde la suspensión acuosa de material mineral tiene un contenido de compuestos orgánicos volátiles (COV) de < 5 mg/kg, preferentemente de < 1 mg/kg, más preferentemente < 0,2 mg/kg.
- 30 20. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 19, en donde el agua de la etapa b) se precalienta antes de que se mezcle con el material mineral en la etapa d).
- 35 21. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 20, que comprende además una etapa de molienda f), en donde la etapa e) se lleva a cabo antes, durante y/o después de la etapa f).
22. El método de acuerdo con la reivindicación 21, que comprende además una etapa de filtrado y/o de concentración g) realizada después de la etapa e).
23. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 22, que comprende además una etapa de secado h) de secado de la suspensión obtenida.
24. El uso de una suspensión acuosa de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 en aplicaciones de papel, plásticos, pintura, recubrimientos, concreto y/o de agricultura y/o aplicaciones de ciencias de la vida como el tratamiento de agua, detergente, cosmético, alimento y piensos, en donde preferentemente la suspensión acuosa se utiliza en el proceso final en húmedo de una máquina de papel, en papel de cigarrillo, cartón, y/o aplicaciones de recubrimiento, o como un soporte para huecograbado y/u offset y/o impresión de chorro de tinta y/o impresión de chorro de tinta continuo y/o flexografía y/o electrofotografía y/o superficies de decoración, o la suspensión acuosa que se utiliza para reducir la luz del sol y la exposición UV de hojas de las plantas.

Fig. 1

