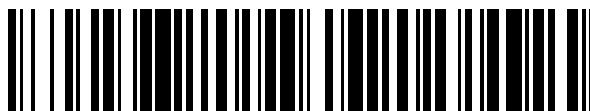


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 599 642**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

H01B 1/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.01.2011** **PCT/EP2011/050737**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.07.2011** **WO11089176**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.01.2011** **E 11700451 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.07.2016** **EP 2528976**

54 Título: **Método para aumentar el pH de suspensiones acuosas de materiales que comprenden carbonato de calcio añadiendo 2-((1-metilpropil)amino)etanol**

30 Prioridad:

01.02.2010 US 337192 P
25.01.2010 EP 10151603

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
02.02.2017

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

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

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 599 642 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para aumentar el pH de suspensiones acuosas de materiales que comprenden carbonato de calcio añadiendo 2-((1-metilpropil)amino)etanol.

5 La presente invención se refiere al dominio técnico de las suspensiones acuosas de materiales que comprenden carbonato de calcio y aditivos añadidos a las mismas.

En la preparación de suspensiones acuosas de materiales que comprenden carbonato de calcio, se requiere a menudo que el experto en la materia seleccione e introduzca aditivos a fin de regular una o más características de esta suspensión.

10 Al hacer esta selección de aditivos, el experto en la materia debe tener en cuenta que este aditivo debe seguir siendo rentable y no debe conducir a interacciones o efectos indeseados corriente abajo durante el transporte, procesamiento y aplicación de esta suspensión.

15 Entre las consideraciones del experto en la materia que han sido raramente planteadas pero que el Solicitante se ha dado cuenta de su importancia, está la selección de aditivos que no causen una variación significativa, y, en concreto, un aumento, en la conductividad eléctrica de la suspensión del material que comprende carbonato de calcio.

De hecho, puede ser ventajoso regular aspectos del procesamiento y transporte de tal suspensión en base a mediciones de la conductividad eléctrica de la suspensión.

20 Por ejemplo, el caudal de tal suspensión a través de un paso o unidad dados puede controlarse según mediciones hechas de la conductividad de la suspensión. En la publicación titulada "A Conductance Based Solids Concentration Sensor for Large Diameter Slurry Pipelines", de Klausner F. et al. (J. Fluids Eng./Volumen 122/Edición 4/Documentos Técnicos), se describe un instrumento que mide la concentración de sólidos de una suspensión que pasa a través de tuberías de un diámetro dado en base a mediciones de conductancia. En base a estas mediciones de conductancia, es posible obtener un diagrama que muestra la variación de la concentración de la suspensión desde la parte superior hasta el fondo de la tubería, así como el historial de área-concentración media.

25 El grado de llenado de un recipiente puede gestionarse, asimismo, detectando la conductividad a una altura dada a lo largo de la pared de un recipiente.

Sin embargo, para usar y aprovechar las ventajas de tales sistemas de regulación en base a mediciones de conductividad eléctrica, el experto en la materia afronta el desafío de seleccionar aditivos necesarios para servir a una o más funciones que no causen en paralelo variaciones significativas en los valores de conductividad eléctrica.

30 Entre las funciones de los aditivos usados en las suspensiones de materiales que comprenden carbonato de calcio, está el ajuste del pH de la suspensión, ya sea por acidificación, neutralización o alcalinización de esta suspensión.

35 La alcalinización de la suspensión se requiere notablemente para que concuerde con el pH de los entornos de aplicación en los que se introduce la suspensión, o en la preparación para la adición de aditivos sensibles al pH. Una etapa de elevar el pH también puede servir para desinfectar o apoyar la desinfección de una suspensión. Los ajustes del pH pueden ser necesarios para evitar la disolución no deseada de carbonato de calcio en contacto con un entorno ácido durante el procesamiento.

Tales aditivos de ajuste del pH usados en suspensión acuosa de suspensiones de materiales que comprenden carbonato de calcio y disponibles para el experto en la materia son numerosos.

40 Un primer grupo de aditivos que se pueden usar para elevar el pH de una suspensión acuosa de materiales que comprenden carbonato de calcio son aditivos que contienen hidróxido, y son especialmente hidróxidos de metales alcalinos y alcalinotérreos.

Por ejemplo, la patente de EE.UU. 6.991.705 se refiere a aumentar la alcalinidad de una suspensión de pulpa, que puede comprender carbonato de calcio, mediante una combinación de una alimentación de hidróxido de metal alcalino, tal como una alimentación de hidróxido de sodio, y una alimentación de dióxido de carbono.

45 El hidróxido de potasio, hidróxido de magnesio e hidróxido de amonio son otros aditivos tales usados para controlar el pH de una suspensión de PCC (carbonato de calcio precipitado) en un intervalo de 10 a 13, como se menciona en la patente europea EP 1 795 502.

Se describe una composición líquida limpiadora abrasiva de pH 7-13 que comprende uno o más tensioactivos que forman un sistema de suspensión, uno o más abrasivos suspendidos, una alcanolamina C2-C6 y un co-disolvente hidrocarbonado en la solicitud de patente internacional WO 98/49261.

5 La solicitud de patente internacional WO 98/56988 se refiere a un procedimiento para estabilizar el pH de una suspensión de pulpa con agentes amortiguadores y a un procedimiento para producir papel a partir de la suspensión de pulpa estabilizada. La alcalinidad de la suspensión de pulpa es aumentada mediante una combinación de una alimentación de un hidróxido de metal alcalino y una alimentación de dióxido de carbono.

10 Un segundo grupo de aditivos que se pueden usar para elevar el pH de una suspensión acuosa de materiales que comprenden carbonato de calcio son aditivos que no contienen iones hidróxido, pero que generan tales iones tras la reacción con el agua.

Tales aditivos pueden ser sales, tales como sales de sodio, de ácidos débiles. Los ejemplos de este tipo de aditivo incluirían acetato de sodio, bicarbonato de sodio, carbonato de potasio y fosfatos alcalinos (tales como tripolifosfatos, ortofosfatos de sodio y/o de potasio).

15 Otra posibilidad es emplear aditivos basados en nitrógeno, que incluyen por ejemplo amoníaco, aminas y amidas, a fin de aumentar el pH de las suspensiones de materiales que comprenden carbonato de calcio.

Notablemente, estos pueden incluir aminas primarias, secundarias o terciarias. Las alcanolaminas usadas para aumentar el pH de la suspensión incluyen por ejemplo monoetanolamina (MEA), dietanolamina (DEA) y metilaminoetanol (MAE).

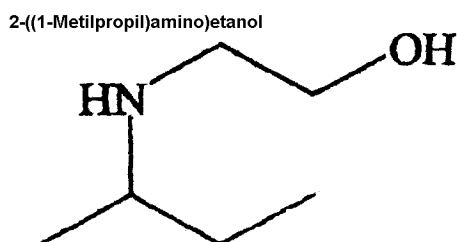
20 Todos los aditivos anteriores elevan el pH de la suspensión acuosa según un mecanismo común, que es proporcionando o creando, después de la reacción con el agua, iones hidróxido en la suspensión.

De la bibliografía, se sabe que aumentar la concentración de iones hidróxido en condiciones alcalinas conduce en paralelo a una conductividad aumentada ("Analytikum", 5ª Edición, 1981, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, páginas 185-186, haciendo referencia a "Konduktometrische Titration").

25 Dado el conocimiento general anterior documentado en la bibliografía, junto con las evidencias que apoyan que los hidróxidos alcalinos y alcalinotérreos, así como aminas tales como trietanolamina, causan un significativo aumento de la conductividad en paralelo a elevar el pH de una suspensión acuosa de materiales que comprenden carbonato de calcio, como se muestra en la sección de Ejemplos de la presente memoria más adelante, el experto en la materia podría no tener expectativas de que un agente regulador del pH particular, que eleva el pH de la suspensión según el mismo mecanismo que estos aditivos, es decir, la introducción resultante de iones hidróxido en la
30 suspensión, causara solo un mínimo aumento de la conductividad.

Fue, por lo tanto, totalmente por sorpresa, y en contraste con las expectativas basadas en los aditivos comunes usados para aumentar el pH, que el Solicitante identificó que el 2-((1-metilpropil)amino)etanol se puede usar como aditivo en una suspensión acuosa, y que tiene un pH de entre 8,5 y 11 y que contiene de 25 a 62 % en volumen de al menos un material que comprende carbonato de calcio, para aumentar el pH de la suspensión en al menos 0,3
35 unidades de pH, a la vez que se mantiene la conductividad de la suspensión dentro de 100 µS/cm/unidad de pH.

Por lo tanto, un primer aspecto de la presente invención se refiere a un método para aumentar el pH de una suspensión acuosa que contiene del 25 al 62 % en volumen de al menos un material que comprende carbonato de calcio y que tiene un pH en el intervalo de 8,5 a 11, caracterizado porque el método implica la etapa de añadir 2-((1-metilpropil)amino)etanol



40 a la suspensión en una cantidad, para aumentar el pH de la suspensión en al menos 0,3 unidades de pH y, al mismo tiempo, el cambio de la conductividad de la suspensión no sea mayor de 100 µS/cm por unidad de pH, y caracterizado porque dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a dicha suspensión en una cantidad de 500 a 15.000 mg, por litro de la fase acuosa de dicha suspensión.

"Conductividad", según la presente invención, significará la conductividad eléctrica de una suspensión acuosa de un material que comprende carbonato de calcio, medida según el método de medición definido en la sección de ejemplos más adelante en la presente memoria.

5 Para el propósito de la presente invención, el pH se medirá según el método de medición definido en la sección de ejemplos más adelante en la presente memoria.

El % en volumen (% vol.) de un material sólido en suspensión se determina según el método definido en la sección de ejemplos más adelante en la presente memoria.

En una realización preferida, dicho aditivo de 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade como una disolución basada en agua al material que comprende carbonato de calcio.

10 En otra realización preferida, dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol tiene una pureza química mayor del 90 %, preferentemente mayor del 95 % y más preferido más que 99 % con respecto al 2-((1-metilpropil)amino)etanol.

En una realización preferida, dicha suspensión tiene una conductividad de entre 700 y 2.000 $\mu\text{S/cm}$, y preferentemente de entre 800 y 1.300 $\mu\text{S/cm}$, antes de la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol.

15 En otra realización preferida, después de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol, el cambio de la conductividad de la suspensión no es más que 70 $\mu\text{S/cm}$ por unidad de pH, y preferentemente no más que 50 $\mu\text{S/cm}$ por unidad de pH.

En otra realización preferida, después de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol, la conductividad de la suspensión no cambia en más que 10 %, preferentemente no cambia en más que 6 %, y más preferentemente no cambia en más que 3 %.

20 En otra realización preferida, antes de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol, la suspensión tiene un pH entre 9 y 10,3.

En otra realización preferida, el 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a dicha suspensión en una cantidad para aumentar el pH de la suspensión acuosa en al menos 0,4 unidades de pH.

25 Cuando el pH de la suspensión antes de la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol está entre 8,5 y 9, dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade preferentemente a dicha suspensión en una cantidad para aumentar el pH de la suspensión en al menos 1,0 unidades de pH. En el caso donde el pH de la suspensión antes de la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol está entre 9 y 10, dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade preferentemente a dicha suspensión en una cantidad para aumentar el pH de la suspensión en al menos 0,7 unidades de pH.

30 Antes de la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol, dicha suspensión tiene preferentemente una temperatura de entre 5 y 100 °C, más preferentemente de entre 35 y 85 °C, e incluso más preferentemente de entre 45 y 75 °C.

En una realización preferida, dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a dicha suspensión en una cantidad de 1.000 a 5.000 mg, y más preferentemente de 1.300 a 2.000 mg, por litro de la fase acuosa de dicha suspensión.

35 Con respecto a dicho material que comprende carbonato de calcio en suspensión, este material comprende preferentemente al menos 50 %, preferentemente al menos 80 %, y más preferentemente al menos 98 % en peso de carbonato de calcio en relación al peso seco equivalente total de dicho material que comprende carbonato de calcio.

El carbonato de calcio de dicho material que comprende carbonato de calcio puede ser un carbonato de calcio precipitado (PCC, por sus siglas en inglés), un carbonato de calcio molido natural (NGCC), un carbonato de calcio reaccionado en superficie (SRCC), o una mezcla de los mismos.

40 Se entiende que los carbonatos de calcio reaccionados en superficie se refieren a productos que resultan de la reacción de un carbonato de calcio con un ácido y dióxido de carbono, siendo formado dicho dióxido de carbono in situ por el tratamiento ácido y/o suministrado externamente, y siendo preparado el carbonato de calcio natural reaccionado en superficie como una suspensión acuosa que tiene un pH mayor que 6,0, medido a 20 °C. Tales productos se describen, entre otros documentos, en la solicitud de patente internacional WO 00/39222, la solicitud de patente internacional WO 2004/083316 y la patente europea EP 2 070 991, estando el contenido de estas referencias incluido en la presente solicitud.

45

En una realización preferida, dicha suspensión comprende de 45 a 60 % en volumen y preferentemente de 48 a 58 % en volumen, y lo más preferido de 49 a 57 % en volumen, de dicho material que comprende carbonato de calcio, basado en el volumen total de dicha suspensión.

- 5 En otra realización preferida, dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade antes, durante o después, y preferentemente después, de una etapa de moler dicho material que comprende carbonato de calcio en dicha suspensión.

También puede ser ventajoso que dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añada a la forma seca de dicho material que comprende carbonato de calcio y preferentemente molido en seco con el mismo antes de formar dicha suspensión de material que comprende carbonato de calcio.

- 10 Después de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol a dicha suspensión, la suspensión puede introducirse en una unidad equipada con un dispositivo de regulación basado en la conductividad.

Por ejemplo, la suspensión puede introducirse en un recipiente o unidad hasta un nivel determinado por medición de la conductividad de la suspensión.

- 15 La suspensión puede hacerse pasar adicional o alternativamente a través de un paso que tiene un rendimiento regulado en función de la conductividad de la suspensión.

A este respecto, "paso" puede referirse a una región confinada de rendimiento, así como un rendimiento sin ninguna definición de confinamiento, es decir, después de un paso del proceso.

Cabe entender que las realizaciones de la invención mencionadas anteriormente se pueden usar y están contempladas para ser usadas unas en combinación de otras.

- 20 De acuerdo con una realización, el pH de la suspensión se aumenta en al menos 0,5 o al menos 0,7 unidades de pH y, al mismo tiempo, el cambio de la conductividad de la suspensión causado por la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol no es mayor de 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH y muy preferentemente no es mayor de 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH.

- 25 El alcance e interés de la invención se entenderán mejor en base a los siguientes ejemplos, que pretenden ilustrar ciertas realizaciones de la invención y no son limitantes.

Ejemplos

Métodos de medición:

Medición del pH de la suspensión

- 30 El pH de una suspensión se mide a 25 °C usando un medidor de pH Mettler Toledo Seven Easy y un electrodo de pH Mettler Toledo InLab[®] Expert Pro.

Se hace primero una calibración de tres puntos (según el método de segmentos) del instrumento usando disoluciones amortiguadoras disponibles en el mercado que tienen valores de pH de 4, 7 y 10 a 20 °C (de Aldrich).

Los valores de pH reportados son los valores de punto final detectados por el instrumento (el punto final es cuando la señal medida difiere en menos que 0,1 mV de la media durante los últimos 6 segundos).

- 35 Medición de la conductividad de la suspensión

La conductividad de una suspensión se mide a 25 °C usando instrumentación Mettler Toledo Seven Multi equipada con la correspondiente unidad de expansión de conductividad Mettler Toledo y una sonda de conductividad Mettler Toledo InLab[®] 730, directamente después de agitar esta suspensión a 1.500 rpm usando un agitador de disco dentado Pendraulik.

- 40 El instrumento se calibra primero en el intervalo de conductividad relevante usando disoluciones de calibración de la conductividad disponibles en el mercado en Mettler Toledo. La influencia de la temperatura sobre la conductividad es corregida automáticamente por el modo de corrección lineal.

Las conductividades medidas son reportadas para la temperatura de referencia de 20 °C. Los valores de conductividad reportados son los valores de punto final detectados por el instrumento (el punto final es cuando la

conductividad medida difiere en menos que 0,4 % de la media durante los últimos 6 segundos).

Distribución de tamaños de partícula (% en masa de partículas con un diámetro < X) y mediana del diámetro de grano ponderal (d_{50}) del material en partículas

- 5 La mediana del diámetro de grano ponderal y la distribución de masa del diámetro de grano de un material en partículas se determinan por medio del método de sedimentación, es decir, un análisis del comportamiento de sedimentación en un campo gravimétrico. La medición se hace con un Sedigraph™ 5100.

El método y el instrumento son conocidos por el experto en la materia, y se usan comúnmente para determinar el tamaño de grano de cargas y pigmentos. La medición se lleva a cabo en una disolución 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 ultrasonidos.

10 Medición de la viscosidad

La viscosidad Brookfield se mide después de 1 minuto de agitación mediante el uso de un viscosímetro Brookfield™ modelo RVT a temperatura ambiente y una velocidad de rotación de 100 rpm (revoluciones por minuto) con el husillo de disco apropiado 2, 3 o 4 a temperatura ambiente.

Volumen de sólidos (% vol.) de un material en suspensión

- 15 El volumen de sólidos se determina dividiendo el volumen del material sólido por el volumen total de la suspensión acuosa.

El volumen del material sólido se determina pesando el material sólido obtenido evaporando la fase acuosa de la suspensión y secando el material obtenido hasta un peso constante a 120 °C, y convirtiendo este valor de peso en un valor de volumen por división con la densidad relativa del material sólido.

- 20 Los ejemplos a continuación, que emplean un material que consiste esencialmente solo en carbonato de calcio, usaron un valor de densidad relativa de 2,7 g/ml, basado en el citado para la calcita natural en el Handbook of Chemistry and Physics (CRC Press; 60ª edición), para el propósito del cálculo del volumen de sólidos anterior.

Peso de sólidos (% en peso) de un material en suspensión

El peso de sólidos se determina dividiendo el peso del material sólido por el peso total de la suspensión acuosa.

- 25 El peso del material sólido se determina pesando el material sólido obtenido evaporando la fase acuosa de la suspensión y secando el material obtenido hasta un peso constante.

Cantidad de adición del aditivo en mg por litro de fase acuosa de una suspensión

- 30 Para evaluar la cantidad de aditivo por litro de la fase acuosa de una suspensión, se determina primero el volumen en litros (l) de la fase acuosa restando el volumen de la fase sólida (véase la determinación del volumen de sólidos anterior) del volumen total de la suspensión.

Ejemplo 1

- 35 Este ejemplo implementa un carbonato de calcio natural de mármol de origen noruego obtenido moliendo primero en seco autógenamente rocas de carbonato de calcio de 10 a 300 mm a una finura correspondiente a un d_{50} de entre 42 y 48 μm , y moliendo en húmedo posteriormente este producto molido en seco en agua en un molino de bolas vertical (Dynomill) de 1,4 litros, usando perlas de silicato de circonio de 0,6-1 mm a un contenido de sólidos en peso de entre 5 y 15 % en peso, hasta que el 95 % en peso de las partículas tienen un diámetro < 2 μm , el 75 % en peso de las partículas tienen un diámetro < 1 μm , el 8 % en peso de las partículas tienen un diámetro < 0,2 μm y se alcanza un d_{50} de 0,61 μm . Durante los procedimientos de molienda, no se añaden adyuvantes de dispersión o molienda.

- 40 Después, la suspensión obtenida se concentra usando una prensa de filtro para formar una pasta del filtro que tiene un contenido de sólidos en volumen de aproximadamente 45 % en volumen. Una concentración térmica posterior después de la adición de 0,45 % en peso, basado en el peso de sólidos, de un ácido poliacrílico neutralizado con sodio al 50 % en moles ($M_w \approx 12.000 \text{ g/mol}$, $M_n \approx 5.000 \text{ g/mol}$) y 0,20 % en peso, basado en el peso de sólidos, de dihidrogenofosfato de sodio, conduce a una suspensión que tiene un contenido de sólidos en volumen de
- 45 aproximadamente 50 % en volumen.

Se introducen 0,4 kg de esta suspensión en un vaso de precipitados de 1 litro que tiene un diámetro de 8 cm. Se introduce un agitador de disco dentado Pendraulik en el vaso de precipitados de tal modo que el disco agitador está situado aproximadamente 1 cm por encima del fondo del vaso de precipitados. La conductividad inicial de la suspensión y los valores de pH medidos se reportan en la tabla a continuación.

- 5 Bajo agitación a 5.000 rpm, el tipo de aditivo (en la forma de una disolución acuosa), indicado en cada uno de los ensayos descritos en la tabla a continuación (PA = aditivo según la técnica anterior, IN = aditivo según la presente invención), se añade en la cantidad indicada a la suspensión a lo largo de un periodo de un minuto. Después de completarse la adición, la suspensión se agita durante 5 minutos adicionales, tiempo después del cual se mide el pH y la conductividad de la suspensión.

10

- Tabla 1 -

Ensayo		Contenido de sólidos en volumen de la suspensión (% vol.)	Conductividad inicial de la suspensión (+/- 10 μ S/cm) -- pH (+/- 0,1)	Tipo de aditivo (en disolución)/Concentración de la disolución	Cantidad de adición de aditivo (mg/l de fase acuosa)	Conductividad (+/- 10 μ S/cm)/pH (+/- 0,1) después de la adición de aditivo	μ S/cm/ unidad de pH
1	PA	49,4	1.293 -- 9,5	KOH/30 %	2.639	3.120/12,3	653
2	IN	49,4	1.293 -- 9,5	2-((1-metilpropil)amino)etanol/ 100 %	2.639	1.311/10,4	20

Los resultados de la tabla anterior muestran que los objetivos se logran únicamente mediante el procedimiento según la invención.

Ejemplo 2

- 15 Este ejemplo implementa un carbonato de calcio natural de mármol de origen noruego obtenido moliendo primero en seco autógenamente rocas de carbonato de calcio de 10 a 300 mm a una finura correspondiente a un d_{50} de entre 42 y 48 μ m, y moliendo en húmedo posteriormente este producto molido en seco en agua a lo que se añade 0,65 % en peso, basado en el peso seco equivalente del material sólido, de un poliacrilato neutralizado con sodio y magnesio ($M_w \approx 6.000$ g/mol, $M_n \approx 2.300$ g/mol), en un molino de bolas vertical (Dynamill) de 1,4 litros, usando
- 20 perlas de silicato de circonio de 0,6-1 mm a un contenido de sólidos en peso de 77,5 % en peso, y recirculado a través del molino hasta que el 90 % en peso de las partículas tienen un diámetro < 2 μ m, el 65 % en peso de las partículas tienen un diámetro < 1 μ m, el 15 % en peso de las partículas tienen un diámetro < 0,2 μ m y se alcanza un d_{50} de 0,8 μ m.

- 25 Se introducen 0,4 kg de esta suspensión en un vaso de precipitados de 1 litro que tiene un diámetro de 8 cm. Se introduce un agitador de disco dentado Pendraulik en el vaso de precipitados de tal modo que el disco agitador está situado aproximadamente 1 cm por encima del fondo del vaso de precipitados. La conductividad inicial de la suspensión y los valores de pH medidos se reportan en la tabla a continuación, así como la viscosidad Brookfield medida a temperatura ambiente y 100 rpm (revoluciones por minuto), que antes de la adición del aditivo es igual a 526 mPas.

- 30 Bajo agitación a 5.000 rpm, el tipo de aditivo (en la forma de una disolución acuosa), indicado en cada uno de los ensayos descritos en la tabla a continuación (PA = aditivo según la técnica anterior, IN = aditivo según la presente invención), se añade en la cantidad indicada a la suspensión a lo largo de un periodo de un minuto. Después de completarse la adición, la suspensión se agita durante 5 minutos adicionales, tiempo después del cual se mide el pH y la conductividad de la suspensión, así como la viscosidad Brookfield, que se mide a temperatura ambiente y 100 rpm después de 60 segundos (correspondientes a día 0 en la tabla 2). Las muestras de la suspensión se agitan
- 35 continuamente a 20 rpm y temperatura ambiente durante varios días. La viscosidad Brookfield se mide de nuevo después de un tiempo de almacenamiento de 2 días, 4 días y 7 días. Las viscosidades Brookfield reportadas en la tabla 2 a continuación se miden a 100 rpm después de 60 segundos.

Ensayo		Contenido de sólidos en volumen de la suspensión (% vol.)	Conductividad inicial de la suspensión (+/- 10 µS/cm) -- pH (+/- 0,1)	Tipo de aditivo (en disolución)/Conc. de la suspensión	Cantidad de aditivo (mg/l de fase acuosa)	Conductividad (+/- 10 µS/cm)/pH (+/- 0,1) después de la adición de aditivo	µS/cm/unidad de pH	Viscosidad después del día 0 [mPas]	Viscosidad después de 2 días [mPas]	Viscosidad después de 4 días [mPas]	Viscosidad después de 7 días [mPas]
3	PA	56,9	1.024 -- 8,8	KOH/30 %	3.565	1.767 -- 12,9	181	688	1018	1236	1336
4	IN	56,9	1.024 -- 8,8	2-((1-metilpropil)amino)etanol/100 %	3.565	1.025 -- 10,7	1	324	324	324	336

- Tabla 2 -

Los resultados de la tabla anterior muestran que los objetivos se logran únicamente mediante el procedimiento según la invención.

Los resultados muestran también que el uso del 2-((1-metilpropil)amino)etanol presenta la ventaja de conseguir la estabilidad de la viscosidad Brookfield de las suspensiones adicionalmente a los objetivos.

5 EJEMPLO 3

En este ejemplo, el pH de una suspensión de carbonato de calcio se ajustó a un valor de pH definido con una disolución de KOH y con 2-((1-metilpropil)amino)etanol, respectivamente.

Este ejemplo implementa un carbonato de calcio natural de origen austriaco (Región de Kärnten) obtenido moliendo primero en húmedo autógenamente rocas de carbonato de calcio de 10 a 300 mm a una finura correspondiente a un d_{50} de entre 42 y 48 μm , y moliendo en húmedo posterior y adicionalmente este producto pre-molido a lo que se añade 0,65 % en peso, basado en el peso seco equivalente del material sólido, de un homopolímero de poliacrilato neutralizado con sodio 50 % molar y magnesio 50 % molar ($M_w \approx 6.000 \text{ g/mol}$, $M_n \approx 2.300 \text{ g/mol}$), en un molino de bolas vertical (Dynomill) de 1,4 litros, usando perlas de silicato de circonio de 0,6-1 mm a un contenido de sólidos en peso de 77,5 % en peso, y recirculado a través del molino hasta que el 90 % en peso de las partículas tienen un diámetro esférico equivalente $< 2 \mu\text{m}$, el 65 % en peso de las partículas tienen un diámetro esférico equivalente $< 1 \mu\text{m}$, el 15 % en peso de las partículas tienen un diámetro esférico equivalente $< 0,2 \mu\text{m}$ y se alcanza un d_{50} de 0,7 μm (medido por Sedigraph 5100).

Se introducen 0,4 kg de esta suspensión en un vaso de precipitados de 1 litro. Se introduce un agitador de disco dentado Pendraulik en el vaso de precipitados de tal modo que el disco agitador está situado aproximadamente 1 cm por encima del fondo del vaso de precipitados. La conductividad inicial de la suspensión y los valores de pH medidos se reportan en la tabla a continuación.

Bajo agitación a 5.000 rpm, el tipo de aditivo (en la forma de una disolución acuosa), indicado en cada uno de los ensayos descritos en la tabla a continuación (PA = aditivo según la técnica anterior, IN = aditivo según la presente invención), se añade en la cantidad indicada a la suspensión a lo largo de un periodo de un minuto. Después de completarse la adición, la suspensión se agita durante 5 minutos adicionales, tiempo después del cual se miden el pH y la conductividad de la suspensión a temperatura ambiente.

Ensayo		Contenido de sólidos en volumen de la suspensión (% vol.)	Conductividad inicial de la suspensión (+/- 10 $\mu\text{S/cm}$) -- pH (+/- 0,1)	Tipo de aditivo (en disolución)/Concentración de la disolución	Cantidad de adición de aditivo (mg/l de fase acuosa)	Conductividad (+/- 10 $\mu\text{S/cm}$)/pH (+/- 0,1) después de la adición de aditivo	$\mu\text{S/cm}$ /unidad de pH
1	PA	56,9	1.283/8,4	KOH/30 %	543	1.408/9,4	125
2	IN	56,9	1.283/8,4	2-((1-metilpropil)amino)etanol/100 %	2.230	1.292/9,4	9

Como puede deducirse de los resultados en la tabla, el aumento en la conductividad de la suspensión era mayor de 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH para KOH, mientras que en el caso del 2-((1-metilpropil)amino)etanol el aumento en la conductividad de la suspensión era de solo 9 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH. Por lo tanto, estos datos muestran una clara diferencia entre el uso de KOH y 2-((1-metilpropil)amino)etanol.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para aumentar el pH de una suspensión acuosa, que contiene de 25 a 62 % en volumen, de al menos un material que comprende carbonato de calcio y que tiene un pH en el intervalo de entre 8,5 y 11, caracterizado porque el método implica la etapa de añadir 2-((1-metilpropil)amino)etanol a la suspensión en una cantidad, de manera que el pH de la suspensión aumente en al menos 0,3 unidades de pH y, al mismo tiempo, el cambio de la conductividad de la suspensión no sea mayor de 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH, caracterizado porque dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a dicha suspensión en una cantidad de 500 a 15.000 mg, por litro de la fase acuosa de dicha suspensión.
- 10 2. Método según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho aditivo de 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade como una disolución basada en agua al material que comprende carbonato de calcio.
3. Método según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque dicho aditivo de 2-((1-metilpropil)amino)etanol tiene una pureza química mayor del 90 %, preferentemente mayor del 95 % y más preferido mayor del 99 % con respecto al 2-((1-metilpropil)amino)etanol.
- 15 4. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicha suspensión tiene una conductividad de entre 700 y 2.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, y preferentemente de entre 800 y 1.300 $\mu\text{S}/\text{cm}$, antes de la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol.
5. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque después de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol, el cambio de la conductividad de la suspensión no es mayor de 70 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH, y preferentemente no es mayor de 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH.
- 20 6. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque después de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol, la conductividad de la suspensión no cambia en más que 10 %, preferentemente no cambia en más que 6 %, y más preferentemente no cambia en más que 3 %.
7. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque antes de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol, la suspensión tiene un pH entre 9 y 10,3.
- 25 8. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a dicha suspensión en una cantidad para aumentar el pH de la suspensión en al menos 0,4 unidades de pH.
9. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque en el caso donde el pH de la suspensión antes de la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol está entre 8,5 y 9, dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a dicha suspensión en una cantidad para aumentar el pH de la suspensión en al menos 1,0 unidades de pH, y por que en el caso donde el pH de la suspensión antes de la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol está entre 9 y 10, dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a dicha suspensión en una cantidad para aumentar el pH de la suspensión en al menos 0,7 unidades de pH.
- 30 10. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque antes de la adición de 2-((1-metilpropil)amino)etanol, dicha suspensión tiene una temperatura de entre 5 y 100 °C, preferentemente de entre 35 y 85 °C, y más preferentemente de entre 45 y 75 °C.
- 35 11. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a dicha suspensión en una cantidad de 1.000 a 5.000 mg, y preferentemente de 1.300 a 2.000 mg, por litro de la fase acuosa de dicha suspensión.
- 40 12. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho material que comprende carbonato de calcio comprende al menos 50 %, preferentemente al menos 80 %, y más preferentemente al menos 98 % en peso de carbonato de calcio en relación al peso total de dicho material que comprende carbonato de calcio.
- 45 13. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el carbonato de calcio de dicho material que comprende carbonato de calcio es un carbonato de calcio precipitado (PCC), un carbonato de calcio molido natural (NGCC), un carbonato de calcio reaccionado en superficie (SRCC), o una mezcla de los mismos.
- 50 14. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicha suspensión comprende de 45 a 60 % en volumen, preferentemente de 48 a 58 % en volumen y lo más preferido de 49 a 57 % en volumen de dicho material que comprende carbonato de calcio, basado en el volumen total de dicha suspensión.

15. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade antes, durante o después, y preferentemente después, de una etapa de molienda de dicho material que comprende carbonato de calcio en dicha suspensión.
- 5 16. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol se añade a la forma seca de dicho material que comprende carbonato de calcio, y opcionalmente se muele en seco con el mismo antes de formar dicha suspensión de material que comprende carbonato de calcio.
- 10 17. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque después de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol a dicha suspensión, la suspensión se introduce en una unidad equipada con un dispositivo de regulación basado en la conductividad.
18. Método según la reivindicación 17, caracterizado porque después de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol a dicha suspensión, la suspensión se introduce en un recipiente o unidad hasta un nivel determinado por medición de la conductividad de la suspensión.
- 15 19. Método según la reivindicación 17, caracterizado porque después de la adición de dicho 2-((1-metilpropil)amino)etanol a dicha suspensión, la suspensión se hace pasar a través de un paso que tiene un rendimiento de suspensión regulado en función de la conductividad de la suspensión.
20. Método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el cambio de la conductividad de la suspensión no es mayor de 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH y, preferentemente no es mayor de 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$ por unidad de pH.