

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 625 102**

51 Int. Cl.:

**B01F 17/56** (2006.01)

**C04B 24/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.10.2013** **E 13004985 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.03.2017** **EP 2862625**

54 Título: **Melaza invertida tratada en condiciones alcalinas como agente dispersivo para suspensiones minerales**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**18.07.2017**

73 Titular/es:

**SIKA TECHNOLOGY AG (100.0%)**  
**Zugerstrasse 50**  
**6340 Baar, CH**

72 Inventor/es:

**HAACK, THOMAS;**  
**OLIVARES, HUGO y**  
**GALLEGOS, PEDRO**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 625 102 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

Melaza invertida tratada en condiciones alcalinas como agente dispersivo para suspensiones minerales

### Sector técnico

5 El invento se refiere a la utilización de una melaza modificada como agente dispersivo para suspensiones minerales. Además, el invento se refiere a un procedimiento para la producción de una suspensión mineral, a una correspondiente suspensión mineral así como a los cuerpos moldeados obtenibles a partir de ella.

### 10 Estado de la técnica

Las suspensiones son unas mezclas heterogéneas de sustancias, que comprenden un líquido con unas partículas de materiales sólidos dispersadas en él. Con el fin de estabilizar suspensiones o influir deliberadamente sobre sus propiedades, se emplean usualmente unos denominados agentes dispersivos.

15 Un ejemplo de suspensiones lo constituyen unas composiciones de agentes aglutinantes minerales elaborables, amasadas con agua, p.ej. unas composiciones de morteros u hormigones. Éstas son tratadas usualmente con agentes dispersivos, con el fin de mejorar la elaborabilidad o disminuir el consumo de agua. Unos conocidos agentes dispersivos para composiciones de agentes aglutinantes minerales son, entre otros, unos policarboxilato-éteres, lignosulfonatos, condensados de naftaleno, sulfonato y formaldehído, sacáridos y otras sustancias similares.

20 Otros ejemplos de una suspensión son los denominados relaves o residuos de tratamiento. Éstos son unos residuos de roca de grano fino en forma de suspensiones espesas, que quedan remanentes al realizar el beneficio de menas, después de que las menas interesantes hubieron sido separadas de la roca. Los relaves son transportados desde las minas o respectivamente desde los centros de tratamiento de menas a unos grandes centros de almacenamiento (p.ej. unas pilas instaladas artificialmente) y son almacenados allí. En tal caso los relaves son enriquecidos en unas centros concentradores hasta llegar a un contenido de materiales sólidos de 45 %, a fin de ser conducidos  
25 ulteriormente a los centros de almacenamiento con ayuda de unas potentes bombas. Es importante que estos relaves tengan, por un lado, un buen comportamiento de fluidez con el fin de poder ser bombeados como un líquido no Newtoniano. Por otro lado, los relaves no deben ser en lo posible demasiado líquidos, para que éstos no fluyan fuera de la pila colectora a través del dique límite. Además de ello sería muy ventajoso poder concentrar aún más los relaves con el fin de ahorrar más cantidad de agua, lo cual es particularmente relevante en regiones en las que reina  
30 una escasez de agua o el agua es muy cara. A causa de la viscosidad creciente exponencialmente de los relaves esto, sin embargo, apenas es posible en el momento actual.

El documento de solicitud de patente internacional WO 02/083592 A1 (de Betzdearborn Inc.) describe en este contexto diferentes polímeros, p.ej. unos poli(metacrilatos), como agentes modificadores de la viscosidad para los relaves. Éstos, sin embargo, en atención a la problemática precedentemente mencionada, no son capaces de  
35 convencer completamente.

Muchos de los agentes dispersivos hoy en día empleados se basan, además de ello, en unas materias primas que se obtienen a partir del petróleo. Por motivos ecológicos y económicos, están ganando importancia crecientemente los agentes dispersivos constituidos sobre la base de materias primas renovables o de productos secundarios de procesos industriales.

40 El documento WO 2005/110941 A1 (de Australian Industrial Additives) divulga p.ej. la utilización de una melaza degradada químicamente como agente dispersivo o como agente auxiliar de molienda.

A partir del documento de patente europea EP 2559675 A1 se conoce una sacarosa invertida enzimáticamente como agente dispersivo. El documento EP 2159203 divulga unos agentes dispersivos para composiciones de hormigones, que comprenden un polímero y un agente fluidificador o fundente.

45 Sigue subsistiendo sin embargo todavía una necesidad de agentes dispersivos nuevos o alternativos, que en lo posible proporcionen un buen efecto dispersante en suspensiones minerales con unas composiciones diversas o independientemente de la respectiva finalidad de utilización.

### Exposición del invento

50 Es misión del presente invento, por lo tanto, poner a disposición un agente dispersivo para su utilización en suspensiones minerales. El agente dispersivo debe ser eficaz particularmente de manera independiente de la respectiva composición de la suspensión mineral y ser producible del modo más barato que sea posible. Especialmente, el agente dispersivo debe desarrollar en unas composiciones de agentes aglutinantes minerales, p.ej. en unas composiciones de agentes aglutinantes que fraguan hidráulicamente, un buen efecto dispersante o

respectivamente fluidificador, que se conserve durante un período de tiempo prolongado, en particular sin retrasar demasiado grandemente en tal caso el endurecimiento de la composición de agente aglutinante. Asimismo, el agente dispersivo debe ser apropiado para la fluidificación de suspensiones de grano fino, p.ej. en forma de relaves, con un contenido de materiales sólidos lo más alto que sea posible.

- 5 De manera sorprendente se encontró que esto se puede conseguir mediante la utilización de una melaza modificada como agente dispersivo de acuerdo con la reivindicación principal 1. El núcleo del invento es, según esto, la utilización de una melaza modificada o respectivamente de una melaza invertida tratada en condiciones alcalinas.

10 Una melaza es un producto residual o respectivamente secundario de la producción de azúcar a partir de caña de azúcar, remolachas azucareras o mijo de azúcar. La melaza modificada de acuerdo con el presente invento conduce a unas propiedades dispersivas inequívocamente mejoradas en las más diferentes suspensiones minerales, tal como p.ej. en composiciones de agentes aglutinantes minerales o en relaves.

15 En el caso de la utilización de la melaza modificada como agente dispersivo en composiciones de agentes aglutinantes minerales, particularmente en composiciones de cementos, se pueden producir, sin otros agentes aditivos, unas composiciones de agentes aglutinantes, que tienen una elaborabilidad casi constante durante un período de tiempo prolongado, y a pesar de todo se endurecen con relativa rapidez.

El agente dispersivo conforme al invento hace uso, además de ello, de unos materiales de partida disponibles con facilidad y favorables, que resultan, entre otras cosas, como productos secundarios o residuales en la producción de azúcar. Esto es correspondientemente ahorrativo de recursos naturales.

20 Otros aspectos del presente son un procedimiento para la producción de una suspensión mineral así como unas correspondientes suspensiones, que contienen el agente dispersivo utilizado conforme al invento.

Otras formas ventajosas de realización del invento se establecen a partir de las reivindicaciones secundarias.

#### Vías para la realización del invento

25 De acuerdo con un primer aspecto, el presente invento se refiere a la utilización de una melaza modificada como agente dispersivo para suspensiones minerales, siendo por lo menos de 50 % en peso una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas <100 µm en la suspensión mineral y siendo obtenible la melaza modificada mediante un procedimiento que comprende las etapas de:

- a) invertir una melaza y/o poner a disposición una melaza invertida
- b) convertir químicamente la melaza invertida con unos álcalis.

La etapa b) se lleva a cabo en tal caso particularmente después de la etapa a).

30 El concepto de "suspensión mineral" representa en el presente contexto una suspensión que comprende un líquido, particularmente agua, así como un gran número de partículas minerales suspendidas en ella por lo menos parcialmente. La suspensión se puede designar también como una suspensión espesa o en el idioma inglés como "slurry". El concepto abarca explícitamente también unas composiciones de agentes aglutinantes minerales amasadas con agua, p.ej. unas composiciones de morteros u hormigones, que se presentan particularmente en un estado capaz de fluir o pastoso. La suspensión mineral tiene particularmente un contenido de materiales sólidos de por lo menos 25 % en peso, particularmente de por lo menos de 30 % en peso, preferiblemente de 50 - 95 % en peso, ventajosamente de 60 - 90 % en peso, especialmente de 70 - 85 % en peso, referido al peso total de la suspensión.

40 Una melaza resulta como producto secundario en la producción de azúcar a partir de caña de azúcar, remolachas azucareras o mijo de azúcar. Una melaza, según sea su procedencia, contiene típicamente 30 - 65 % en peso de sacarosa. La sacarosa constituye en tal caso el componente principal o el componente con la mayor proporción ponderal de la melaza. Junto a esto se presentan en la melaza también ácidos orgánicos, vitaminas y/o sustancias minerales. Una melaza está disponible en grandes cantidades como producto secundario o residual y es una fuente favorable para la producción de agentes dispersivos para suspensiones minerales.

45 Se ha manifestado como especialmente ventajosa en el presente contexto una melaza procedente de caña de azúcar, remolachas azucareras y/o mijo de azúcar. Preferiblemente, en el presente invento se utiliza una melaza de caña de azúcar. Sin embargo, en principio se pueden emplear también otras melazas.

50 Por el concepto de "inversión de una melaza" ha de entenderse el desdoblamiento enzimático o la hidrólisis, enzimático/a o catalizado/a por un ácido de los sacáridos presentes en la melaza, para formar los monosacáridos azúcar de fruta (fructosa) y azúcar de uva (glucosa). La melaza invertida contiene los monosacáridos fructosa y

glucosa, particularmente con una proporción molar de fructosa : glucosa de 40 : 60 - 60 : 40 ó 45 : 55 - 55 : 45, especialmente en las mismas proporciones molares.

La inversión preferida en el presente invento es la inversión enzimática. En este caso, la melaza invertida contiene, junto a los monosacáridos, particularmente también la enzima utilizada y/o sus fragmentos.

5 En el caso de la inversión enzimática se emplea como enzima particularmente una invertasa. Con otras palabras, la melaza invertida enzimáticamente es particularmente una melaza invertida mediante una invertasa. Una invertasa es clasificada con el número EC (= Enzyme Commission Number) 3.2.1.26 y pertenece a la categoría de las glicosidasas. Otras denominaciones para una invertasa son  $\beta$ -fructofuranosidasa, sacarasa o invertina.

10 Unas apropiadas temperaturas para la inversión enzimática de una melaza se sitúan particularmente en el intervalo de 20 - 80°C, preferiblemente de 30 - 70°C, especialmente de 55 - 65°C. Además, la melaza que se ha de invertir es invertida ventajosamente a un pH de 4 - 7, particularmente de 4,5 - 6,5. En tales condiciones se consigue una conversión óptima de la melaza con una proporción mínima de una enzima, lo cual es ventajoso por motivos económicos.

15 Sin embargo, en principio son posibles también otras condiciones. A unas temperaturas situadas por encima de 80°C y/o con unos valores del pH < 3 o > 9 existe el peligro de la desnaturalización por lo menos parcial de las enzimas, lo cual aumenta en ciertas circunstancias la proporción de productos secundarios indeseados en la melaza invertida.

20 Correspondientemente, la melaza invertida enzimáticamente, que se utiliza, es preferiblemente una melaza que ha sido invertida a una temperatura de 20 - 80°C, particularmente de 30 - 70°C, especialmente de 55 - 65°C, y/o a un pH de 4 - 7, particularmente de 4,5 - 6,5.

25 La enzima o respectivamente invertasa utilizada tiene por ejemplo una actividad comprendida en el intervalo de 100,000 - 300,000 S.U., preferiblemente de 180,000 - 220,000 S.U., especialmente de 200,000 S.U.. 1 S.U. (acrónimo de Sumner Unit = unidad de Sumner) se define en este caso como la cantidad de enzima que pone en libertad, en el transcurso de 5 minutos, a una temperatura de 20°C y a un pH de 4,7, 1 mg de sacarosa invertida a partir de 6 ml de una solución al 5,4 % de sacarosa.

30 Una concentración de la invertasa, particularmente con una actividad de 100,000 - 300,000 S.U., es ventajosamente de 30 a 80 ppm (partes por millón), preferiblemente 40 a 60 ppm, partes en peso de invertasa por cada parte en peso de sacarosa que ha de ser invertida, que está presente en la melaza. En el caso de invertasas con actividades más pequeñas, la concentración puede correspondientemente ser elevada y en el caso de invertasas con actividades más altas, puede ser reducida correspondientemente.

La melaza que ha de ser invertida es incubada en la etapa a) particularmente durante 0,5 hasta 15 horas, preferiblemente durante 1 hasta 12 horas.

35 La inversión conforme al invento de la melaza puede efectuarse fundamentalmente también mediante una hidrólisis catalizada por un ácido. Para la hidrólisis catalizada por un ácido, la solución, mediante la adición de un ácido, es reducida a un apropiado valor del pH. Para esto, el valor del pH de la melaza, que típicamente es aproximadamente un pH de 7, es reducido, mediante introducción con agitación de p.ej. ácido sulfúrico (al 0,5 hasta 5 % en peso, preferiblemente al 1 hasta 3 % en peso, de modo sumamente preferido al 2 % en peso, en H<sub>2</sub>O), a un valor del pH de 1 hasta 4, preferiblemente de 2 hasta 3. A continuación la melaza acidificada es incubada durante un período de tiempo de 2 hasta 8 horas, preferiblemente de 3 hasta 6 horas, de manera sumamente preferida durante 4,5 horas.

40 Una melaza invertida enzimáticamente y una melaza catalizada por un ácido son químicamente diferentes. En comparación con la melaza invertida enzimáticamente, la melaza catalizada por un ácido contiene particularmente un gran número de productos secundarios adicionales que, entre otras cosas, se forman mediante la reacción del ácido con los otros componentes de la melaza (p.ej. ácidos orgánicos, vitaminas, etc.). De tales productos secundarios se encuentran solamente pocos o incluso ninguno en una melaza invertida enzimáticamente, a causa de la alta selectividad de las enzimas. Los productos secundarios pueden repercutir negativamente en ciertas circunstancias en el caso de determinados usos.

Antes de la inversión o antes de la etapa a), la melaza es diluida preferiblemente con 0,2 hasta 0,8, preferiblemente a 0,5 hasta 0,7 partes en peso de agua por cada parte en peso de melaza. De esta manera se consigue una inversión efectiva.

50 La inversión en la etapa a) es prolongada particularmente durante tanto tiempo hasta que se alcance un grado de transformación de por lo menos 50 %, particularmente de por lo menos 60 %, preferiblemente de por lo menos 75 %, más preferiblemente de por lo menos 90 %, todavía más preferiblemente de por lo menos 95 %. El grado de

transformación indica en este contexto la relación de la cantidad de sacarosa invertida a la cantidad de la sacarosa que estaba presente originalmente en la melaza.

5 La evolución de la reacción de inversión o el grado de conversión química de la sacarosa se puede vigilar p.ej. mediante una espectroscopia de infrarrojos con transformación de Fourier con ayuda de la banda de sacarosa a  $984\text{ cm}^{-1}$ . A partir de esto se puede determinar directamente el grado de transformación. Esta técnica es conocida por un experto.

10 Una relación ponderal de sacarosa invertida a sacarosa no invertida en la melaza invertida es ventajosamente de por lo menos 1, particularmente de por lo menos 3, especialmente de por lo menos 5, de manera especialmente preferida de por lo menos 10 o 20, Esto es válido particularmente de una manera independiente de la modalidad de la inversión.

La melaza invertida empleada en la etapa b) tiene ventajosamente un contenido de materiales sólidos de 30 hasta 70, preferiblemente de 40 hasta 60 por ciento en peso. El contenido de materiales sólidos puede ser ajustado de una manera de por sí conocida mediante dilución (p.ej. mediante adición de agua) o aumento de la concentración (p.ej. mediante evaporación del agua en exceso).

15 Durante la etapa b) la melaza invertida es convertida químicamente con álcalis. La expresión "álcalis" representa en el presente contexto particularmente unas sustancias que forman con agua unas soluciones alcalinas, o unas sustancias que, en el caso de que se añada una solución acuosa, son capaces de elevar el valor del pH de la solución.

20 En el caso de soluciones alcalinas, la concentración de iones de  $\text{OH}^-$  supera a la de los iones de  $\text{H}_3\text{O}^+$ , o el valor del pH de la solución alcalina es mayor que 7.

La conversión química de la melaza invertida en la etapa b) se efectúa de tal manera que se oxida por lo menos una parte de los monosacáridos presentes en la melaza invertida. La conversión química en la etapa b) se diferencia por lo tanto de una mera modificación del valor del pH mediante unos álcalis.

25 En este caso, particularmente los grupos de aldehídos y/o los grupos HO terminales primarios de los monosacáridos reductores presentes en la melaza invertida (p.ej. glucosa y fructosa) son oxidados para dar grupos de ácidos y transpuestos en reacciones sucesivas, resultando unos fragmentos oxidados. Correspondientemente, la melaza invertida convertida químicamente en condiciones alcalinas contiene particularmente ácidos de azúcares o ácidos polihidroxicarboxílicos de C1 hasta C6, por ejemplo ácido glucónico y ácido cítrico. Por lo demás hay que partir del hecho de que son modificados químicamente por el tratamiento alcalino también otros componentes de la melaza invertida. Correspondientemente, una melaza invertida que ha sido convertida químicamente en condiciones alcalinas constituye una mezcla compleja de diferentes sustancias.

35 La conversión química en la etapa b) se prolonga particularmente durante tanto tiempo hasta que se alcance un grado de transformación de por lo menos 50 %, particularmente de por lo menos 60 %, preferiblemente por lo menos de 75 %, de manera más preferida de por lo menos 90 %, de manera todavía más preferida de por lo menos 95 %. El grado de transformación indica en tal caso la relación ponderal de la cantidad de monosacáridos oxidados o ácidos polihidroxicarboxílicos a la cantidad de monosacáridos originalmente presentes en la melaza invertida.

La conversión química se puede vigilar por ejemplo a su vez mediante una espectroscopia de infrarrojos con transformación de Fourier.

40 Una relación ponderal de monosacáridos oxidados o ácidos polihidroxicarboxílicos a monosacáridos no oxidados en la melaza invertida convertida químicamente en condiciones alcalinas es ventajosamente de por lo menos 1, particularmente de por lo menos 3, especialmente de por lo menos 5, de manera especialmente preferida de por lo menos 10 ó 20,

45 La etapa b) se efectúa particularmente a un valor del pH de 6 - 14, preferiblemente de 6 - 12 y de manera sumamente preferida entre 8 - 12 ó 9 - 12. Este pH se mantiene constante particularmente durante 0,5 hasta 5 horas, preferiblemente durante 1,5 hasta 4 horas, de manera sumamente preferida durante 2 hasta 3 horas.

Particularmente, la conversión química en condiciones alcalinas en la etapa b) se efectúa mediante la adición de una base. Se prefiere una base tomada del conjunto que se compone de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{KOH}$  o de mezclas de las mismas. El  $\text{KOH}$  y el  $\text{NaOH}$  son unas bases especialmente preferidas, es sumamente preferido el  $\text{NaOH}$ .

50 La base empleada en la etapa b) se utiliza ventajosamente en la forma de una solución acuosa de la base. La concentración preferida de la base en la solución acuosa es de 10 - 70 % en peso, particularmente de 15 - 30 % en

peso, por ejemplo de 23 % en peso. De esta manera la base se puede dosificar bien y la conversión química en la etapa b), particularmente la temperatura y el valor del pH, se pueden controlar de manera más sencilla.

- Preferiblemente, la etapa b) se lleva a cabo a una temperatura de 10°C hasta 90°C, preferiblemente de 30°C hasta 80°C, de manera sumamente preferida de 35°C hasta 75°C o de 50 - 70°C. Esta temperatura se mantiene constante particularmente durante 0,5 hasta 5 horas, preferiblemente durante 1,5 hasta 4 horas, de manera sumamente preferida durante 2 hasta 3 horas.

- De manera muy especialmente preferida, en la etapa b) durante 0,5 hasta 5 horas, preferiblemente durante 1,5 hasta 4 horas, de manera sumamente preferida durante 2 hasta 3 horas, se mantienen una temperatura de 30°C hasta 80°C, preferiblemente de 40°C hasta 70°C y de manera sumamente preferida de 55 hasta 65 °C y/o un pH de 6 - 14, preferiblemente de 6 - 12, particularmente de 9 - 12 y de manera sumamente preferida de 7 - 11 o de 8 - 10,

La temperatura y/o el pH durante la conversión química en la etapa b) se pueden controlar particularmente mediante la velocidad de adición de la base. A causa de la conversión química en condiciones alcalinas de la melaza invertida o de la adición de la base en la etapa b), típicamente se aumentan la temperatura y/o el valor del pH de la solución de reacción.

- Correspondientemente, la base es añadida dosificadamente en la etapa b) con ventaja de tal manera que se mantienen las temperaturas y/o los valores del pH que se han mencionado precedentemente. Caso de que sea útil, la solución de reacción puede ser enfriada o calentada adicionalmente durante la etapa b).

De acuerdo con una forma de realización preferida, la melaza modificada es utilizada con por lo menos un agente fluidificador.

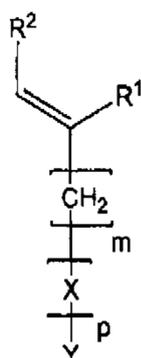
- El por lo menos un agente fluidificador se selecciona particularmente entre el conjunto que se compone de lignosulfonatos, condensados de naftaleno y formaldehído sulfonados, condensados de melamina y formaldehído sulfonados, policarboxilatos y/o policarboxilato-éteres (PCE).

Particularmente, el agente fluidificador tiene una estructura según la Fórmula (I)



- realizándose que los R<sup>1</sup>, en cada caso independientemente unos de otros, representan H o un grupo alquilo con 1 hasta 5 átomos de carbono, los R<sup>2</sup>, en cada caso independientemente unos de otros, representan H, -COOM o un grupo alquilo con 1 hasta 5 átomos de carbono, los M, independientemente unos de otros, representan un ion de metal alcalino, un ion de metal alcalino-térreo, un ion de metal di- o tri-valente, un ion de amonio o un grupo de amonio orgánico, X representa -COO-, -NH- o unas mezclas de los mismos, m es = 0, 1 ó 2, p es = 0 ó 1, los Y, en cada caso independientemente unos de otros, representan H, M, un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo alquilarilo o un grupo hidroxialquilo de C<sub>1</sub> hasta C<sub>20</sub> o un grupo de la fórmula -[AO]<sub>n</sub>-R<sup>a</sup>, pudiendo presentarse los mencionados grupos sin sustituir o sustituidos con un grupo sulfono, un grupo sulfato o un grupo fosfato, representando A = un alquileo de C<sub>2</sub> hasta C<sub>4</sub>, R<sup>a</sup> = H, un grupo alquilo, un grupo ciclohexilo o un grupo alquilarilo de C<sub>1</sub> hasta C<sub>20</sub> y siendo n = 1 -10,

Los compuestos de la Fórmula I son en parte obtenibles comercialmente o se pueden preparar p.ej. mediante una polimerización catalizada por radicales de unos monómeros insaturados de la Fórmula II de una manera de por si conocida,



$R^1$ ,  $R^2$ , X, Y, m y p en la Fórmula II se definen en el presente caso tal como se ha descrito precedentemente en conexión con la estructura según la Fórmula I.

5 Es preferido un agente fluidificador de acuerdo con la Fórmula I, representando  $R^1$  H o un grupo metilo.  $R^2$  es ventajosamente igual a H.

De acuerdo con una forma preferida de realización, X representa  $-\text{COO}-$ . Ventajosamente m es = 0 y/o p es = 1. Y es particularmente igual a M o H.

10 Especialmente, el por lo menos un agente fluidificador abarca un poli(ácido (met)acrílico y/o una sal del mismo. La expresión "poli(ácido (met)acrílico" representa en este contexto un polímero o un copolímero que se compone esencialmente de monómeros de ácido acrílico, monómeros de ácido metacrílico, mezclas de monómeros de ácido acrílico y de monómeros de ácido metacrílico y/o sales de estos monómeros. Los mencionados monómeros disponen en este caso particularmente de una proporción de > 90 % en moles, preferiblemente de > 96 % en moles, especialmente de > 99 % en moles, referida a todos los monómeros presentes en el poli(ácido (met)acrílico).

Ventajosamente el por lo menos un agente fluidificador abarca un poli(ácido acrílico) y/o una sal del mismo.

15 Un peso molecular del por lo menos un agente fluidificador se sitúa ventajosamente en el intervalo de 1.000 - 10.000 g/mol, particularmente de 2.000 - 8.000 g/mol, preferiblemente de 3.000 - 7.000, más preferiblemente de 3.500 - 6.500 g/mol. Esto es válido particularmente en el caso de que el agente fluidificador tenga una estructura según la Fórmula I o sea un poli(ácido (met)acrílico) y/o una sal del mismo, particularmente un poli(ácido acrílico) y/o una sal del mismo. La determinación del peso molecular puede efectuarse de una manera de por si conocida mediante una  
20 cromatografía de penetrabilidad en gel (GPC) con agentes eluyentes acuosos. Para la calibración se emplea preferiblemente un patrón de poli(etilenglicol) estrechamente calibrado.

Preferiblemente, se presenta una relación ponderal del por lo menos un agente fluidificador y de la melaza modificada que está situada en el intervalo de 5:95 - 95:5, particularmente de 10:90 - 90:10, preferiblemente de 30:70 - 70:30, especialmente de 40:60 - 60:40 o 45:55 - 55:45.

25 En el caso de que al referirse a la suspensión mineral se trate por ejemplo de una suspensión de grano fino o de relaves, tal como ellos se describirán seguidamente, se ha acreditado particularmente la utilización de combinaciones de una melaza modificada y unos agentes fluidificadores con una estructura según la Fórmula I o de unos agentes fluidificadores que abarcan unos poli(ácidos (met)acrílicos) y/o sus sales, en particularmente un poli(ácido acrílico) y/o sus sales. De manera especialmente ventajosa se emplean en tal caso unos agentes  
30 fluidificadores con los pesos moleculares precedentemente mencionados y se mantienen las relaciones ponderales mencionadas. Se encontró que tales combinaciones pueden provocar unos efectos sinérgicos, con lo que se puede conseguir un dispersamiento especialmente eficaz o una reducción de la viscosidad.

En conexión con suspensiones minerales que contienen agentes aglutinantes minerales, particularmente composiciones de morteros o de hormigones, se ha acreditado especialmente la utilización de combinaciones de  
35 una melaza modificada y agentes fluidificadores seleccionados entre el conjunto que se compone de lignosulfonatos, condensados de naftaleno y formaldehído sulfonados, condensados de melamina y formaldehído sulfonados y/o policarboxilato-éteres. Son particularmente ventajosos como agentes fluidificadores en tal caso unos lignosulfonatos.

Mediante la combinación de agentes fluidificadores habituales con una melaza modificada se puede reducir  
40 significativamente, por ejemplo, la cantidad de agentes fluidificadores habituales. Esto es interesante particularmente en el caso de una deficiente disponibilidad o de unos precios crecientes de los agentes fluidificadores habituales.

## ES 2 625 102 T3

La suspensión mineral tiene por lo general por ejemplo un contenido de materiales sólidos de 20 - 95 % en peso, especialmente de 50 - 90 % en peso, particularmente de 55 - 85 % en peso, preferiblemente de 60 - 75 % en peso.

Un valor del pH de la suspensión mineral puede estar situado en un intervalo de p.ej. 4 - 14, particularmente 4 - 11, preferiblemente 5 - 10, particularmente 6 - 9.

- 5 La melaza modificada, eventualmente junto al por lo menos un agente fluidificador, se utilizará típicamente con una proporción de 0,01 - 5 % en peso, preferiblemente de 0,1 - 1 % en peso, preferiblemente de 0,4 - 0,8 % en peso, referida al contenido de materiales sólidos de la suspensión. Las proporciones se refieren en este contexto particularmente a la cantidad total de la melaza modificada más el agente fluidificador.

- 10 De acuerdo con una primera forma de realización especialmente ventajosa, al referirse a la suspensión mineral se trata de una suspensión de grano fino.

Una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas < 100 µm en la suspensión mineral es en tal contexto particularmente de por lo menos 50 % en peso, preferiblemente de por lo menos 75 % en peso, especialmente de por lo menos 90 % en peso o de por lo menos 95 % en peso, referida al peso total de todos los materiales sólidos en la suspensión mineral.

- 15 Particularmente, una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas > 10 mm en la suspensión mineral es de menos que 10 % en peso, preferiblemente de menos que 5 % en peso, especialmente de menos que 1 % en peso, referida al peso total de todos los materiales sólidos en la suspensión mineral.

- 20 Una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas > 1 mm es ventajosamente más pequeña que 10 % en peso, preferiblemente de menos que 5 % en peso, particularmente de menos que 1 % en peso, referida al peso total de todos los materiales sólidos en la suspensión mineral.

- 25 Una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas < 100 µm en la suspensión mineral es particularmente de por lo menos 50 %, preferiblemente de por lo menos 75 %, especialmente de por lo menos 90 % o de por lo menos 95 % en peso, referida al peso total de todos los materiales sólidos en la suspensión mineral.

En el caso de una suspensión de grano fino, la melaza modificada, eventualmente junto al por lo menos un agente fluidificador, se utiliza preferiblemente con una proporción de 0,01 - 1 % en peso, preferiblemente de 0,01 - 0,8 % en peso o de 0,01 - 0,6 % en peso, referida al peso total de la suspensión mineral. Las proporciones se refieren en este contexto particularmente a la cantidad total de la melaza modificada más el agente fluidificador.

- 30 El tamaño de partículas se puede determinar particularmente mediante un análisis granulométrico, p.ej. con un tamiz que tiene orificios cuadrados, de una manera de por si conocida.

- 35 Especialmente, la suspensión mineral está esencialmente libre de cemento o de agentes aglutinantes hidráulicos o de agentes aglutinantes minerales. Con esta definición se piensa en que una proporción de tales sustancias en la suspensión mineral es más pequeña que 5 % en peso, preferiblemente más pequeña que 2 % en peso, particularmente más pequeña que 1 % en peso o más pequeña que 0,1 % en peso.

La suspensión mineral, particularmente la suspensión de grano fino, puede comprender p.ej. un relave o componerse de él. Por el concepto de "relave" se han de entender en el presente caso unos residuos de grano fino procedentes del tratamiento de menas, que se presentan particularmente en forma de suspensiones espesas acuosas.

- 40 Los relaves se componen esencialmente de sustancias minerales de grano fino y agua. Las sustancias minerales contienen particularmente metales, óxidos de metales, dióxido de silicio, azufre y fósforo.

Los relaves están preferiblemente en lo esencial libres de cemento o de agentes aglutinantes hidráulicos o de agentes aglutinantes minerales, tal como esto se ha definido precedentemente.

- 45 Un valor del pH del relave está situado preferiblemente en un intervalo de 4 - 11, preferiblemente de 5 - 10, particularmente de 6 - 9.

De acuerdo con otra preferida forma de realización, la suspensión mineral contiene un agente aglutinante mineral. En este caso, la suspensión mineral puede contener preferiblemente también partículas de materiales sólidos de grano grueso.

5 Por la expresión "agente aglutinante mineral" ha de entenderse particularmente un agente aglutinante, que reacciona en presencia de agua en una reacción de hidratación para dar unos hidratos o unas fases de hidratos sólidos. Éste puede ser por ejemplo un agente aglutinante hidráulico (p.ej. un cemento o una cal hidráulica), un agente aglutinante hidráulico latente (p.ej. una escoria), un agente aglutinante puzolánico (p.ej. cenizas volantes) o un agente aglutinante no hidráulico (yeso o cal blanca). Como un "agente aglutinante cementoso" se ha de entender en el presente caso particularmente un agente aglutinante o una composición de agente aglutinante con una proporción de por lo menos 5 % en peso, particularmente de por lo menos 20 % en peso, preferiblemente de por lo menos 35 % en peso, especialmente de por lo menos 65 % en peso, de un clínquer de cemento. El clínquer de cemento es preferiblemente un clínquer de cemento Portland. Por el concepto de "clínquer de cemento" se entiende en el presente contexto particularmente un clínquer de cemento molido.

10 El concepto de "una composición de agente aglutinante mineral" designa correspondientemente a una composición que contiene un agente aglutinante mineral y en todo caso otros componentes, tales como p.ej. unos conglomerados, agua y/o unos agentes aditivos.

15 Particularmente, el agente aglutinante mineral o la composición de agente aglutinante mineral contiene un agente aglutinante hidráulico, preferiblemente un cemento.

20 Es especialmente preferido un cemento con una proporción de clínquer de cemento de  $\geq 35$  % en peso. Particularmente, el cemento es de los tipos CEM I, CEM II y/o CEM IIIA (según la norma EN 197-1). Una proporción del agente aglutinante hidráulico en el agente aglutinante mineral total es ventajosamente de por lo menos 5 % en peso, particularmente de por lo menos 20 % en peso, preferiblemente de por lo menos 35 % en peso, especialmente de por lo menos 65 % en peso. De acuerdo con otra ventajosa forma de realización, el agente aglutinante mineral se compone en  $\geq 95$  % en peso de un agente aglutinante hidráulico, particularmente de un clínquer de cemento.

25 Sin embargo, puede ser ventajoso también que el agente aglutinante o la composición de agente aglutinante contenga otros agentes aglutinantes o se componga de ellos. De esta índole son particularmente los agentes aglutinantes hidráulicos latentes y/o los agentes aglutinantes puzolánicos. Unos apropiados agentes aglutinantes hidráulicos latentes y/o puzolánicos son p.ej. una escoria, unas cenizas volantes y/o un polvo fino de sílice. Asimismo, la composición de agente aglutinante puede contener unas sustancias inertes, tales como p.ej. piedra caliza, polvos finos de cuarzo y/o pigmentos. En una ventajosa forma de realización, el agente aglutinante mineral contiene 5 - 95 % en peso, particularmente 5 - 65 % en peso, de manera especialmente preferida 15 - 35 % en peso, de agentes aglutinantes hidráulicos latentes y/o puzolánicos. Unos ventajosos agentes aglutinantes hidráulicos latentes y/o puzolánicos son una escoria y/o unas cenizas volantes.

30 En una forma de realización especialmente preferida, el agente aglutinante mineral contiene un agente aglutinante hidráulico, particularmente un cemento o un clínquer de cemento y un agente aglutinante hidráulico latente y/o puzolánico, preferiblemente una escoria y/o unas cenizas volantes. La proporción del agente aglutinante hidráulico latente y/o puzolánico es en tal caso de manera especialmente preferida de 5 - 65 % en peso, de manera especialmente preferida de 15 - 35 % en peso, mientras que se presentan por lo menos 35 % en peso, especialmente por lo menos 65 % en peso, del agente aglutinante hidráulico.

35 La suspensión mineral puede contener adicionalmente al agente aglutinante mineral, por ejemplo conglomerados sólidos, tales como grava, arena y/o granulados de roca. La suspensión mineral es por consiguiente particularmente una composición de mortero o una composición de hormigón.

40 La melaza modificada se puede utilizar también en común con otras sustancias, particularmente con unos aditivos para cemento o aditivos para hormigón tales como por ejemplo agentes auxiliares de molienda, antiespumantes, colorantes, agentes conservantes, agentes porógenos, agentes reductores de la contracción, otros agentes fluidificadores y/o agentes inhibidores de la corrosión.

45 En el caso de una suspensión que contiene un agente aglutinante mineral, la melaza modificada se utilizará en la suspensión mineral preferiblemente con una proporción de 0,1 - 1 % en peso, preferiblemente de 0,4 - 0,8 % en peso, referida al peso del agente aglutinante mineral.

Particularmente, una relación ponderal de agua al agente aglutinante mineral en la suspensión mineral es de 0,25 - 0,8, particularmente de 0,3 - 0,7, preferiblemente de 0,4 - 0,6.

50 Mediante la utilización de la melaza modificada en agentes aglutinantes minerales o composiciones de agentes aglutinantes minerales se consigue un efecto de fluidificación muy bueno, que se conserva también durante un período de tiempo prolongado. En tal caso, el fraguado del agente aglutinante no es retrasado esencialmente.

La melaza modificada se puede utilizar correspondientemente como agente dispersivo o fluidificador para un agente aglutinante mineral o una composición de agente aglutinante mineral.

Tal como se ha mostrado, en el caso de la utilización de la melaza modificada, también en el caso de un pequeño contenido de líquido o en el caso de una alta proporción de materiales sólidos de la suspensión mineral se pueden disminuir grandemente el límite de fluidez y/o la viscosidad de la suspensión. Esto es válido particularmente en suspensiones de grano fino y en el caso de pequeñas dosificaciones.

- 5 De manera correspondiente, la melaza modificada, en particular junto a por lo menos otro agente fluidificador, se puede utilizar para la disminución deliberada del límite de fluidez y/o de la viscosidad de suspensiones minerales, particularmente de suspensiones de grano fino o relaves.

10 Otro aspecto del presente invento se refiere a un procedimiento para la producción de una suspensión mineral, en el que se mezclan una melaza modificada, tal como se ha descrito precedentemente, eventualmente junto al por lo menos un agente fluidificador, con partículas de materiales sólidos minerales y un líquido, particularmente agua.

La melaza modificada, que contiene por lo menos un agente fluidificador, así como la suspensión mineral se definen en este caso particularmente tal como se ha descrito precedentemente.

15 Las partículas de materiales sólidos minerales y el líquido pueden presentarse por ejemplo previamente mezcladas en forma de una suspensión y en esta forma se mezclan con la melaza modificada y eventualmente con el por lo menos un agente fluidificador. Por ejemplo, la melaza modificada, eventualmente junto al por lo menos un agente fluidificador, se puede mezclar con una suspensión mineral en forma de relaves.

Sin embargo, también es posible mezclar previamente la melaza modificada, particularmente junto al por lo menos un agente fluidificador, con por lo menos una parte de las partículas de materiales sólidos minerales, particularmente en forma sólida, y a continuación mezclarla con el agua y con las otras posibles partículas de materiales sólidos.

20 De manera análoga, la melaza modificada, y particularmente el por lo menos un agente fluidificador, se pueden mezclar previamente con por lo menos una parte del agua y a continuación mezclar con las partículas de materiales sólidos y la posible cantidad adicional de agua. Por ejemplo, la melaza modificada, y particularmente el por lo menos un agente fluidificador, se pueden añadir al amasar una composición de agente aglutinante mineral al agua de amasado, que luego se añade al agente aglutinante mineral y a los posibles otros componentes.

25 Por lo demás, el presente invento incluye una suspensión obtenible mediante el procedimiento precedentemente descrito.

A continuación, el presente invento se explicará con ayuda de unos ejemplos de realización. A partir de los ejemplos de realización y la totalidad de las reivindicaciones de patente se establecen otras ventajosas formas de realización del presente invento.

### 30 **Ejemplos de realización**

#### 1. Producción de una melaza modificada

##### 1.1 Inversión de una melaza

35 Para la producción de una sacarosa invertida enzimáticamente, una melaza no tratada, procedente de la producción de azúcar a partir de caña de azúcar, se convierte químicamente en una melaza invertida. Una melaza no tratada obtenida a partir de caña de azúcar tiene un contenido de sacarosa de 30 - 40 % en peso.

40 Una melaza no tratada (con una proporción de materiales sólidos aproximadamente 80 % en peso, pH = 5,5) se diluye con agua en un reactor calentable mediando agitación (0,60 partes en peso de agua por cada parte en peso de melaza). A continuación, el reactor es ajustado a una temperatura preestablecida de 60 ° C y se añaden 50 ppm (partes en peso, referidas a la sacarosa) de una invertasa (actividad: 200,000 S.U.; obtenible p.ej. de BioCat GmbH Deutschland, disuelta en 500 ppm de agua). La mezcla de reacción así obtenida se mantiene luego durante 8 horas a la temperatura preestablecida, con lo cual se transforma en una sacarosa invertida por lo menos el 95 % de la sacarosa presente originalmente en la melaza. La evolución de la reacción se puede vigilar mediante una espectroscopia de infrarrojos con transformación de Fourier con la ayuda de la banda de sacarosa a 984 cm<sup>-1</sup>. Se obtiene un líquido con una consistencia esencialmente homogénea que tiene un contenido de materiales sólidos de 45 49 % en peso y un valor del pH de 5,3, que a continuación se designa como melaza invertida IM.

##### 1.2 Conversión química con álcalis de la melaza invertida

A la melaza invertida **IM** se le añade en porciones a continuación, a lo largo de un período de tiempo de aproximadamente 1 hora, una lejía de sosa (con 50 % en peso de NaOH en agua). Mediante la adición de la lejía de

sosa se aumentan el pH y la temperatura (a causa de reacciones exotérmicas). La adición se efectuó en tal caso de tal manera que el pH de la solución de reacción esté situado absolutamente en el intervalo de 6,9 - 12,3 y la temperatura de la solución de reacción está situada en un intervalo de 20 - 77°C. En este caso el pH es mantenido constante en un intervalo de 9,7 - 10,4 durante 2,5 h mediante la velocidad de adición de la lejía de sosa. Asimismo la temperatura se mantuvo constante durante 2,5 h en un intervalo de 59 - 64°C. En este caso se alcanza un grado de transformación de por lo menos 95 %. Con otras palabras, se convierte químicamente por lo menos un 95 % de los monosacáridos originalmente presentes en la melaza invertida. La evolución de la reacción es vigilada mediante una espectroscopia de infrarrojos con transformación de Fourier con ayuda de la banda de carboxilato a 1.580 cm<sup>-1</sup>.

Se obtiene un líquido con una consistencia esencialmente homogénea, que se designará en lo sucesivo como una melaza modificada o una melaza invertida convertida químicamente en condiciones alcalinas **DM**.

## 2. Producción de glucosa modificada (ensayo comparativo)

Para la producción de muestras comparativas se sometió a la glucosa a un tratamiento en condiciones alcalinas. Concretamente, a una solución acuosa de glucosa (al 50 % en peso de glucosa en agua) se le añadió porciones en porciones una lejía de sosa diluida (con 23 % en peso de NaOH en agua). En este caso se procedió esencialmente tal como se ha descrito en el capítulo 1.2.

Se obtuvo una solución que contenía aproximadamente 38,5 % en peso de ácidos carboxílicos o fenoles y < 0,4 % de glucosa, que a continuación se designará como glucosa modificada **DG**. La glucosa modificada **DG** disponía de una proporción de materiales sólidos de aproximadamente 64,8 % en peso y de un valor del pH de 8,9.

## 3. Ensayos de funciones en agentes aglutinantes minerales

La actividad de la melaza modificada conforme al invento se ensayó en pastas de cemento.

La pasta de cemento se produjo mezclando homogéneamente con un mezclador mecánico, durante 4 minutos, 100 g de un cemento (Bio Bio AR; Typ CEM I; obtenible de Cementos Bio Bio S.A, Chile), 0,6 g del respectivo agente dispersivo indicado en la Tabla 1 (**DM**, **IM**, **DG** o **Vixil**) y 55 g de agua. Con el fin de garantizar la comparabilidad, todos los agentes dispersivos se diluyeron hasta un contenido de materiales sólidos de 40 % en peso.

Para la determinación de la actividad de los agentes dispersivos, la masa asentada de las pastas de cemento se midió inmediatamente después del amasado (= masa asentada después de 0 minutos), así como después de 30 minutos y después de 60 minutos de acuerdo con la norma BS EN 12350-2.

Asimismo se registró la evolución de las temperaturas de las pastas de cemento para realizar el control de la hidratación o respectivamente del comportamiento de fraguado de las pastas de cemento después del amasado y se determinó el período de tiempo ( $t_{max}$ ) transcurrido hasta la aparición del máximo global de las temperaturas.

La Tabla 1 proporciona una vista de conjunto acerca de los ensayos realizados y sus resultados.

Tabla 1

| Agente dispersivo              | $t_{max}$ [h:mm] | Masa asentada [mm] |              |              |
|--------------------------------|------------------|--------------------|--------------|--------------|
|                                |                  | tras 0 min.        | tras 30 min. | tras 60 min. |
| <b>DM</b> (melaza modificada)  | 9:37             | 177                | 139          | 139          |
| <b>IM</b> (melaza invertida)   | 12:40            | 170                | 130          | 120          |
| <b>DG</b> (glucosa modificada) | 12:01            | 175                | 138          | 127          |
| <b>Vixil*</b>                  | 10:07            | 179                | 133          | 147          |

\* = Lignosulfonato de sodio (obtenible de Booregaard)

A partir de la Tabla 1 puede verse que una melaza modificada **DM** tiene un efecto fluidificador comparable con el efecto fluidificador del lignosulfonato (**Vixil**), pero al mismo tiempo claramente menos retrasado que el del lignosulfonato.

Una melaza invertida (**IM**) así como también una glucosa modificada **DG** provocaron en particular un retraso significativamente más grande que la melaza modificada **DM**.

La melaza modificada conforme al invento es por lo tanto un agente dispersivo apropiado y ventajoso para composiciones de agentes aglutinantes minerales.

#### 4. Ensayos de funciones con relaves

La actividad de la melaza modificada conforme al invento se ensayó además en relaves.

##### 5 4.1. Relaves

Relaves empleados:

Relave MEL: Minería Escondida Ltd. (Chile): contenido de materiales sólidos 63,5 % en peso; > 99 % en peso de las partículas tienen un tamaño de partículas < 100 µm (referido al peso total de todos los materiales sólidos presentes en el relave).

10 Relave DSAL: Codelco, División Salvador; pH 8,4, contenido de materiales sólidos 66,83 % en peso; > 99 % en peso de las partículas tienen un tamaño de partículas < 100 µm (referido al peso total de todos los materiales sólidos presentes en el relave).

##### 4.3 Agentes dispersivos

15 Adicionalmente a la melaza modificada **DM** y a la melaza invertida **IM** se emplearon los siguientes agentes dispersivos:

| Abreviatura | Sustancia  |
|-------------|--|
| <b>M</b>    | Melaza no tratada como se ha descrito en el capítulo 1.1                   |
| <b>PAA</b>  | Un poli(ácido acrílico) con un peso molecular de 4.500 g/mol               |
| <b>PCE</b>  | Policarboxilato-éter ; Sika ViscoCrete 225 (obtenible de Sika Deutschland) |

##### 4.2 Mediciones de la reología

20 Los relaves se pueden considerar como unos denominados cuerpos de Bingham que, al contrario que los líquidos Newtonianos, comienzan a fluir bajo la acción de unas fuerzas tan sólo a partir de una determinada tensión de cizalladura  $\tau_0$  [Pa] (que también se denomina límite de fluidez). Para el esfuerzo cortante  $\tau$  [Pa] es válido en este caso la siguiente relación:  $\tau = \tau_0 + \eta \times \dot{\gamma}$ . El esfuerzo cortante  $\tau$  depende por lo tanto de la tensión de cizalladura  $\tau_0$  y de la viscosidad  $\eta$  [Pa·s] del cuerpo de Bingham así como de la velocidad de cizalladura  $\dot{\gamma}$  [s<sup>-1</sup>] ab.

25 Las mediciones de la reología en los relaves se llevaron a cabo con un aparato del tipo Schleibinger Viskomat NT (Schleibinger Geräte, Deutschland). En este caso, una paleta de medición rotatoria (= cuerpo de cizalladura) es sumergida en la muestra a investigar. El aparato mide entonces el momento de torsión T, que es transmitido en dependencia de la velocidad de rotación y del comportamiento de fluidez de la muestra sobre la paleta de medición. El momento de rotación T medido se puede considerar en este caso como proporcional al esfuerzo cortante  $\tau$ .

30 La medición se efectuó análogamente al ensayo de Vane reconocido mundialmente en el sector de los relaves. En este caso se utiliza un cuerpo de cizalladura especial (paleta de medición) en forma de dos placas situadas perpendicularmente una a otra y rectangulares capaces de girar en torno a sus ejes longitudinales. Concretamente se ensayaron en cada caso 700 g de los relaves con una velocidad de cizalladura de 1 revolución por minuto y se registró la evolución cronológica del momento de torsión. El valor máximo en el momento de torsión  $T_{\max}$  que apareció en tal caso se puede considerar como proporcional al esfuerzo cortante  $\tau$ .

35 Se llevaron a cabo en cada caso una medición de los relaves puros (sin agentes dispersivos) así como unas correspondientes mediciones con agentes dispersivos añadidos en el caso de unas concentraciones preestablecidas. La modificación relativa del momento de torsión ( $= T_{\max(\text{con agente dispersivo})} / T_{\max(\text{sin agente dispersivo})}$ ) es considerada como una medida del efecto del agente dispersivo. En el caso de una disminución del momento de torsión se mejoran la capacidad de fluir y/o la bombeabilidad de los relaves. En el caso de un aumento del mismo éstos se empeoran correspondientemente.

40

4.4. Resultados

En las siguientes Tablas se indica en la columna "dosificación" la cantidad añadida de agente dispersivo. El valor indica en cada caso la proporción de materiales sólidos del respectivo agente dispersivo o la sustancia activa del respectivo agente dispersivo, referida al peso total de los relaves.

- 5 En la Tabla 2 se muestran los resultados de las mediciones de la reología en el caso de la utilización de una melaza modificada **DM**, de una melaza invertida **IM** y de una melaza no tratada **M** como agente dispersivo en relaves del tipo **MEL**.

Tabla 2

| Exp. | Agente dispersivo | Dosificación [% en peso] | Reducción del momento de torsión T [%] |
|------|-------------------|--------------------------|--|
| R1   | -                 | -                        | 0                                      |
| A1   | <b>DM</b>         | 0,1                      | 20,1                                   |
| A2   |                   | 0,5                      | 44,0                                   |
| A3   |                   | 1,0                      | 59,4                                   |
| A4   |                   | 2,0                      | 75,6                                   |
| B1   | <b>IM</b>         | 0,1                      | 12,5                                   |
| B2   |                   | 0,5                      | 32,6                                   |
| B3   |                   | 1,0                      | 46,4                                   |
| B4   |                   | 2,0                      | 62,9                                   |
| C1   | <b>M</b>          | 0,1                      | 11,0                                   |
| C2   |                   | 0,5                      | 28,7                                   |
| C3   |                   | 1,0                      | 42,2                                   |
| C4   |                   | 2,0                      | 59,1                                   |

- 10 De la Tabla 2 se puede desprender que la melaza modificada **DM** de acuerdo con el invento provoca en todas las concentraciones una reducción más fuerte del momento de torsión **T** que la melaza no tratada **M** o la melaza solamente invertida **IM**. La capacidad de fluir y/o la bombeabilidad de los relaves pueden ser aumentadas por lo tanto de manera óptima por la melaza modificada **DM**

- 15 La Tabla 3 muestra una comparación del efecto dispersante de una melaza modificada **DM**, de un **PAA** y de un **PCE** en relaves del tipo **DSAL**.

Tabla 3

| Exp. | Agente dispersivo | Dosificación [% en peso] | Reducción del momento de torsión T [%] |
|------|-------------------|--------------------------|--|
| R2   | -                 | -                        | 0                                      |
| D1   | <b>DM</b>         | 0,1                      | 32,7                                   |
| D2   |                   | 0,5                      | 68,7                                   |
| D3   |                   | 1,0                      | 86,8                                   |
| E1   | <b>PAA</b>        | 0,1                      | 67,0                                   |
| E2   |                   | 0,5                      | 73,9                                   |
| E3   |                   | 1,0                      | 74,1                                   |
| F1   | <b>PCE</b>        | 0,1                      | -3,1                                   |
| F2   |                   | 0,5                      | 49,2                                   |
| F3   |                   | 1,0                      | 96,7                                   |

- 20 En este caso llama la atención que, en el caso de pequeñas dosificaciones ( $\leq 0,5$  % en peso), el **PAA** es el más eficaz y el **PCE** se distingue sorprendentemente como el peor. El efecto de la **DM** está situado entremedias, pero el **DM** actúa igual casi igual de bien ya en el caso de una dosificación de 0,5 % en peso que el **PAA**. El **PCE** en el caso de 0,5 % en peso, es sin embargo siempre todavía mucho menos efectivo que el **PAA** y la **DM**. En el caso de una

dosificación de 1,0 % en peso el **PCE** desarrolla entonces el mejor efecto, seguido por la **DM** y el **PAA**. La **DM** constituye por consiguiente un agente dispersivo especialmente ventajoso, puesto que ella, en los casos de dosificaciones tanto pequeñas como grandes, es capaz de mejorar significativamente la capacidad de fluir y es correspondientemente bien dosificable.

- 5 La Tabla 4 muestra otra comparación del efecto dispersante de la melaza modificada **DM**, del **PAA** y de mezclas de **DM/PAA**, de **IM/PAA** así como de **M/PAA** en relaves del tipo MEL.

En el caso de las mezclas se emplearon cada vez las mismas proporciones en peso de los dos componentes de la mezcla. En el caso del Experimento I1 se utilizaron por ejemplo 0,05 % en peso de la **DM** y 0,05 % en peso del **PAA**. La dosificación total de los agentes dispersivos en el Experimento I1 corresponde como consecuencia de ello a la suma de las dos dosificaciones y es igual a 0,1 % en peso. Esto es válido análogamente también para los otros Experimentos con agentes dispersivos en forma de mezclas.

Tabla 4

| Exp. | Agente dispersivo  | Dosificación [% en peso] | Reducción del momento de torsión T [%] |
|------|--------------------|--------------------------|--|
| R3   | -                  | -                        | 0                                      |
| G1   | DM                 | 0,1                      | 20,1                                   |
| G2   |                    | 0,5                      | 44,0                                   |
| G3   |                    | 1,0                      | 59,4                                   |
| G4   |                    | 2,0                      | 75,6                                   |
| H1   | PAA                | 0,1                      | 44,0                                   |
| H2   |                    | 0,5                      | 48,1                                   |
| H3   |                    | 1,0                      | 55,6                                   |
| H4   |                    | 2,0                      | 63,5                                   |
| I1   | Mezcla de DM y PAA | 0,05 de DM / 0,05 de PAA | 43,7                                   |
| I2   |                    | 0,25 de DM / 0,25 de PAA | 53,7                                   |
| I3   |                    | 0,5 de DM / 0,5 de PAA   | 58,9                                   |
| I4   |                    | 1 de DM / 1 de PAA       | 84,8                                   |
| J1   | Mezcla de IM y PAA | 0,05 de IM / 0,05 de PAA | 33,3                                   |
| J2   |                    | 0,25 de IM / 0,25 de PAA | 56,8                                   |
| J3   |                    | 0,5 de IM / 0,5 de PAA   | 59,0                                   |
| J4   |                    | 1 de IM / 1 de PAA       | 75,2                                   |
| K1   | Mezcla de M y PAA  | 0,05 de M / 0,05 de PAA  | 34,8                                   |
| K2   |                    | 0,25 de M / 0,25 de PAA  | 56,7                                   |
| K3   |                    | 0,5 de M / 0,5 de PAA    | 63,1                                   |
| K4   |                    | 1 de M / 1 de PAA        | 75,1                                   |

15 A partir de la Tabla 4 puede verse que la **DM** y el **PAA** en forma pura muestran un comportamiento similar, como ya se ha discutido en conexión con la Tabla 3. Es interesante, sin embargo, particularmente la utilización de unas mezclas de la **DM** y del **PAA**: En el caso de una dosificación total von 0,1 % en peso, la mezcla de **DM** y **PAA** es capaz de reducir el momento de torsión casi igual de bien que la misma cantidad de **PAA** a solas (compárese el Experimento I1 frente al Experimento H1). En el caso de unas dosificaciones totales de 0,5 y 2,0 % en peso, las reducciones en los momentos de torsión se pueden conseguir incluso todavía mejor que con las mismas cantidades de las sustancias individuales (compárese el Experimento I2 frente a los Experimentos G2 y H2 o respectivamente el Experimento I4 frente a los Experimentos G4 y H4). Esto es sorprendente, puesto que en los casos de las mezclas se hubiera esperado más bien un valor promedio de los efectos de los componentes individuales. La **DM** y el **PAA** cooperan por consiguiente funcionalmente o respectivamente provocan un efecto sinérgico.

25 Una comparación de las mezclas constituidas sobre la base de **DM/PAA** con las de **IM/PAA** o **M/PAA**, muestra además de ello que la mezcla de **DM/PAA**, particularmente en el caso de las dosificaciones especialmente interesantes, desarrolla en la región de < 0,5 % en peso el mejor efecto entre todas las mezclas.

Los ejemplos de realización mostrados precedentemente sirven como ejemplos ilustrativos que se pueden modificar arbitrariamente en el marco del invento.

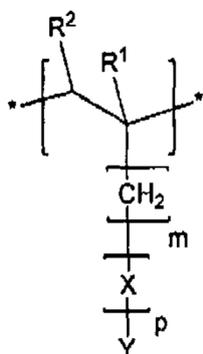
5 Particularmente, las pastas de cemento más arriba mencionadas pueden contener p.ej. adicionalmente conglomerados, materiales de relleno y/o agentes aditivos para hormigones. En este caso puede tratarse especialmente de composiciones de morteros o de hormigones.

Asimismo, por ejemplo en las mezclas descritas en conexión con la Tabla 4 se pueden emplear en lugar de o adicionalmente al **PAA** unos compuestos de acuerdo con la Fórmula (I) precedentemente descrita.

10 También es posible emplear otras suspensiones minerales distintas de los relaves descritos, que p.ej. tienen un contenido de materiales sólidos más pequeño o más alto. Asimismo las suspensiones minerales pueden contener partículas de granos más gruesos.

REIVINDICACIONES

1. Una utilización de una melaza modificada como agente dispersivo para suspensiones minerales, en la que una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas < 100 µm en la suspensión mineral es de por lo menos 50 % en peso y en la que la melaza modificada es obtenible por medio de un procedimiento que abarca las etapas de:
- 5 a) invertir una melaza y/o poner a disposición una melaza invertida  
b) convertir químicamente la melaza invertida con unos álcalis.
2. Una utilización de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada por que la inversión de la melaza en la etapa a) se efectúa enzimáticamente, en particular por medio de una invertasa.
- 10 3. Una utilización de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 2, caracterizada por que el tratamiento en condiciones alcalinas en la etapa b) se efectúa por medio de una base seleccionada del conjunto que se compone de Ca(OH)<sub>2</sub>, Mg(OH)<sub>2</sub>, NaOH, KOH o unas mezclas de las mismas, siendo KOH y NaOH unas bases preferidas y siendo la más preferida NaOH.
- 15 4. Una utilización de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 3, caracterizada por que la etapa b) se lleva a cabo a una temperatura de 10°C hasta 90°C, preferiblemente de 30°C hasta 80°C y de manera sumamente preferida de 35°C hasta 75°C.
5. Una utilización de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 4, caracterizada por que en la etapa b) se mantienen durante 0,5 hasta 5 horas, preferiblemente durante 1,5 hasta 4 horas, de manera sumamente preferida durante 2 hasta 3 horas, una temperatura de 30°C hasta 80°C, preferiblemente de 40°C hasta 70°C y de manera sumamente preferida de 55°C hasta 65°C, y un pH de 6 - 14, preferiblemente de 6 - 12 y de manera sumamente preferida de 7 - 11 o de 8 - 10,
- 20 6. Una utilización de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 5, caracterizada por que la melaza modificada se utiliza en común con por lo menos un agente fluidificador, teniendo el por lo menos un agente fluidificador particularmente una estructura según la Fórmula (I)
- 25



(I)

- realizándose que
- 30 los R<sup>1</sup>, en cada caso independientemente unos de otros, representan H o un grupo alquilo con 1 hasta 5 átomos de carbono,  
los R<sup>2</sup>, en cada caso independientemente unos de otros, representan H, -COOM o un grupo alquilo con 1 hasta 5 átomos de carbono,  
los M, independientemente unos de otros, representan un ion de metal alcalino, un ion de metal alcalino-térreo, un ion de metal di- o tri-valente, un ion de amonio o un grupo de amonio orgánico,  
35 X representa -COO-, -NH- o unas mezclas de los mismos,  
m es = 0, 1 ó 2,  
p es = 0 ó 1,  
los Y, en cada caso independientemente unos de otros, representan H, M, un grupo alquilo, un grupo cicloalquilo, un grupo alquilarilo o un grupo hidroxialquilo de C<sub>1</sub> hasta C<sub>20</sub> o un grupo de la fórmula -[AO]<sub>n</sub>-R<sup>a</sup>, pudiendo presentarse los mencionados grupos sin sustituir o sustituidos con un grupo sulfono, un grupo sulfato o un grupo fosfato,  
40 representando A = un alquileo de C<sub>2</sub> hasta C<sub>4</sub>, R<sup>a</sup> = H, un grupo alquilo, un grupo ciclohexilo o un grupo alquilarilo de C<sub>1</sub> hasta C<sub>20</sub> y siendo n = 1 -10,
7. Una utilización de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizada por que el por lo menos un agente fluidificador comprende un poli(ácido (met)acrílico) y/o una sal del mismo, en particular un poli(ácido acrílico) y/o una sal de un poli(ácido acrílico).
- 45

8. Una utilización de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 7, caracterizada por que la melaza modificada, eventualmente en común con por lo menos un agente fluidificador, se utiliza con una proporción de 0,01 - 5 % en peso, preferiblemente de 0,1 - 1 % en peso, especialmente de 0,2 - 0,9 % en peso, preferiblemente de 0,4 - 0,8 % en peso, referida al contenido de materiales sólidos de la suspensión mineral.
- 5 9. Una utilización de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 hasta 8, caracterizada por que una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas < 100 µm en la suspensión mineral es de por lo menos 75 % en peso, especialmente de por lo menos 90 % en peso o de por lo menos 95 % en peso, y/o por que una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas > 10 mm en la suspensión mineral es particularmente de menos que 10 % en peso, preferiblemente de menos que 5 % en peso, especialmente de menos que 1 % en peso, en cada caso referida al peso total de todos los materiales sólidos en la suspensión mineral.
- 10
- 10, Una utilización de acuerdo con las reivindicaciones 7 y 9.
11. Una utilización de acuerdo con la reivindicación 9 ó 10, caracterizada porque la masa modificada se utiliza, eventualmente en común con el por lo menos un agente fluidificador, con una proporción de 0,01 - 0,8 % en peso o de 0,01 - 0,6 % en peso, referida al peso total de la suspensión mineral.
- 15
12. Una utilización de acuerdo con por lo menos una de las reivindicaciones 1 - 11, caracterizada por que la suspensión mineral contiene un agente aglutinante mineral, siendo la suspensión mineral preferiblemente una composición de mortero o una composición de hormigón.
13. Un procedimiento para la producción de una suspensión mineral, en el que una melaza modificada, tal como se ha descrito en una de las reivindicaciones 1 - 12, y opcionalmente un agente fluidificador como se ha descrito en una de las reivindicaciones 6 ó 7, se mezclan con partículas de materiales sólidos minerales y con un líquido, particularmente agua, de manera tal que una proporción ponderal de partículas de materiales sólidos con un tamaño de partículas < 100 µm en la suspensión mineral es por lo menos de 50 % en peso .
- 20
14. Una suspensión mineral obtenible mediante un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13.
- 25 15. Un cuerpo moldeado obtenible mediante endurecimiento de una suspensión mineral de acuerdo con la reivindicación 14, conteniendo la suspensión mineral un agente aglutinante mineral amasado con agua.