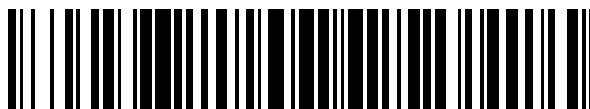


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 685 774**

51 Int. Cl.:

C09C 1/42

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.08.2005** **PCT/US2005/029062**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.03.2006** **WO06023473**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.08.2005** **E 05786678 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.05.2018** **EP 1791916**

54 Título: **Suspensión de caolín estabilizada**

30 Prioridad:

16.08.2004 US 601619 P

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

11.10.2018

73 Titular/es:

**IMERYS PIGMENTS, INC. (100.0%)
100 MANSELL COURT EAST, SUITE 300
ROSWELL, GA 30076, US**

72 Inventor/es:

**YUAN, JUAN;
GARSKA, MICHAEL, J. y
PRUETT, ROBERT, J.**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 685 774 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

Suspensión de caolín estabilizada

Se divulgan en este documento suspensiones de caolín estabilizadas y métodos de elaboración de dichas suspensiones de caolín estabilizadas.

- 5 La arcilla de caolín tiene muchas aplicaciones conocidas en la industria, que incluyen, por ejemplo, el uso como un relleno en la fabricación de papel, un recubrimiento para papel y un pigmento en pintura. Los productos de caolín a menudo se envían en una forma de suspensión con alto contenido sólido. Las suspensiones de arcillas laminares gruesas tienden a sedimentarse rápidamente, lo que dificulta su transporte. Para estabilizar las suspensiones de caolín, es decir, para evitar que la arcilla de caolín se deposite en el fondo de los recipientes como sedimentos duros
- 10 durante el envío, se han utilizado agentes espesantes, tales como carboximetilcelulosa (CMC), y mezclado en los productos de caolín en la preparación final de la suspensión. Sin embargo, dicho método de estabilización funciona para arcillas más finas y menos laminares, pero no ha funcionado efectivamente en el pasado para suspensiones de arcilla de caolín más gruesas y/o más laminares.

- 15 Por ejemplo, el documento WO 03/022933 divulga composiciones que comprenden caolín que tiene un factor de forma de por lo menos aproximadamente 70:1.

Por lo tanto, subsiste la necesidad de desarrollar un método para estabilizar suspensiones de arcilla de caolín más gruesas y/o más laminares. Los presentes inventores han desarrollado métodos para estabilizar suspensiones de caolín gruesas.

La invención se define en y por las reivindicaciones adjuntas.

- 20 En un aspecto, la presente divulgación se refiere a una suspensión de caolín estabilizada que comprende:

un caolín que comprende no más de aproximadamente 80% en peso de partículas que tienen un diámetro esférico equivalente (ESD) de menos de 2 micras;

- 25 en la que la suspensión de caolín estabilizada tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 40%, y un resultado de prueba de vertido de 28 días de por lo menos aproximadamente 80% de vertido, tal como por lo menos 85% y adicionalmente tal como por lo menos 89% de vertido. Dichas suspensiones de caolín estabilizadas son en general lo suficientemente estables para permitir envío y manipulación normal.

- 30 En otro aspecto, la presente divulgación se refiere a un método para elaborar una suspensión de caolín estabilizada al reducir los niveles de sales residuales en una suspensión de caolín, antes de la adición de un espesante o estabilizador convencional tal como carboximetilcelulosa (CMC) o similares. En el pasado, normalmente se ha encontrado que dichos estabilizadores no funcionan efectivamente en suspensiones de arcilla de caolín más gruesas y/o laminares. Sin estar limitados por ninguna teoría, los presentes inventores plantean la hipótesis de que las sales residuales (electrolitos), tales como el aluminio y el calcio, se liberan durante un corto período de tiempo después de la preparación de la suspensión. Estas sales residuales son absorbidas débilmente por grandes partículas de caolín debido a su proporción relativamente grande de áreas de superficie. Una vez liberadas, las sales residuales reaccionan con el estabilizador para reducir su eficacia y prevenir la estabilización efectiva de la suspensión.
- 35

De acuerdo con lo anterior, un aspecto de la presente divulgación se refiere a un método para elaborar una suspensión de caolín estabilizada, que comprende:

- 40 filtrar y enjuagar una suspensión de caolín para eliminar el residuo de sal de la misma hasta que el caolín resultante tenga una conductividad de no más de aproximadamente 100 μ S;

volver a solubilizar el caolín resultante; y

agregar por lo menos un estabilizador a la suspensión de caolín resolubilizada.

La conductividad de el caolín después de filtrar y enjuagar puede ser, por ejemplo, no mayor de aproximadamente 100 μ S, tal como no mayor de aproximadamente 80 μ S, e incluso tal como no mayor de aproximadamente 60 μ S.

Otro aspecto de la presente divulgación proporciona un método para estabilizar una suspensión de caolín que comprende:

filtrar y enjuagar la suspensión de caolín;

volver a solubilizar la suspensión de caolín; y

5 agregar por lo menos un estabilizador;

en la que la suspensión de caolín estabilizada tiene un resultado de prueba de vertido de 28 días de por lo menos 80% de vertido, tal como por lo menos 85% y adicionalmente tal como por lo menos 89% de vertido.

Otro aspecto de la presente divulgación proporciona un método para estabilizar una suspensión de caolín que comprende:

10 proporcionar una suspensión de caolín que tiene un contenido de sólidos de más de 40% y que comprende no más de aproximadamente 80% en peso de partículas que tienen un diámetro esférico equivalente (ESD) de menos de 2 micras; y

ajustar el pH de la suspensión de caolín a un valor que varía desde aproximadamente 4.5 hasta aproximadamente 6.5 para efectuar floculación parcial de la suspensión.

15 Por ejemplo, el pH se puede ajustar a un valor que varía desde aproximadamente 5.0 hasta aproximadamente 6.0, o incluso desde aproximadamente 5.5 hasta aproximadamente 6.0. En algunos aspectos, las suspensiones que caen dentro de estos rangos de pH a menudo se pueden estabilizar sin la adición de ningún estabilizador. Sin embargo, puede ser necesario en algunos casos agregar una pequeña cantidad de un dispersante para ajustar la viscosidad de la suspensión estabilizada parcialmente en un rango adecuado para bombeo.

20 Como se divulga en este documento, el término "diámetro esférico equivalente" (ESD) es un tamaño de partícula de una partícula dada, y se puede determinar mediante un procedimiento de prueba estándar que emplea la Ley de Sedimentación de Stokes. Por ejemplo, el ESD se puede determinar al medir la sedimentación del producto en partículas en una condición completamente dispersa en un medio acuoso estándar, tal como agua, utilizando un instrumento SEDIGRAPH™, por ejemplo, SEDIGRAPH 5100, obtenido de Micromeritics Corporation, EE.UU.

25 Como se divulga en este documento, una arcilla de caolín más gruesa y laminar se refiere a, por ejemplo, un caolín que comprende no más de aproximadamente 80% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 micras, tal como no más de aproximadamente 70% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 micras, adicionalmente tal como no más de aproximadamente 60% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 micras, incluso adicionalmente tal como no más de aproximadamente 50% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 micras, e incluso adicionalmente tal como no más de aproximadamente 40% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 micras. Por ejemplo, la arcilla de caolín más gruesa y laminar se refiere a un caolín que comprende no más de aproximadamente 50%, tal como no más de aproximadamente 40%, en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 micras. Adicionalmente, por ejemplo, la arcilla de caolín más gruesa y laminar se refiere a un caolín que comprende desde aproximadamente 20% hasta aproximadamente 65% en peso, tal como desde aproximadamente 25% hasta aproximadamente 60% en peso, adicionalmente tal como desde aproximadamente 25% hasta aproximadamente 45% en peso, y incluso adicionalmente tal como 35% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 micras.

40 Adicionalmente, el caolín divulgado en este documento puede tener un factor de forma de, por ejemplo, por lo menos aproximadamente 25, tal como por lo menos aproximadamente 30 y adicionalmente tal como por lo menos aproximadamente 45. El "factor de forma" como se utiliza en el presente documento es una medida de un valor promedio (en una base promedio ponderada) de la relación entre el diámetro medio de partícula y el grosor de partícula para una población de partículas de tamaño y medidas variables según el método de conductividad eléctrica y aparato descrito en el documento GB-A-2240398/Patente Estadounidense No. y utilizado las ecuaciones derivadas en estas especificaciones de patente.

45 La suspensión de caolín estabilizada divulgada aquí puede tener un contenido de sólidos que varía desde aproximadamente 40% hasta aproximadamente 60% en peso relativo hasta el peso total de la suspensión, tal como desde aproximadamente 45% hasta aproximadamente 55%, y adicionalmente tal como desde aproximadamente 50% hasta aproximadamente 60% en peso con relación al peso total de la suspensión. En otras realizaciones, la suspensión de caolín estabilizada tiene un contenido de sólidos de por lo menos 40%, tal como por lo menos 45%, y adicionalmente tal como por lo menos 50% en peso con relación al peso total de la suspensión.

La viscosidad es una medida de la resistencia de la arcilla a los cambios en flujo. Aquellos expertos en la técnica conocen formas típicas de medir la viscosidad, que incluyen, por ejemplo, la viscosidad de Brookfield y la viscosidad de Hércules.

5 Los viscosímetros de Brookfield proporcionan una medida de baja viscosidad de corte de una suspensión de arcilla, expresada en unidades de centipoises (cp). Un centipoise equivale a una unidad de centímetro-gramo-segundo. (Un centipoise es una centésima (10^{-2}) de un poise. (1 mPa.s)). Por lo tanto, en igualdad de condiciones, una muestra de 100 centipoises (100 mPa.s) tiene una viscosidad menor que una muestra de 500 centipoise (500 mPa.s).

10 Los viscosímetros Hércules proporcionan una medida de alta viscosidad de corte de una suspensión de arcilla. La viscosidad de Hércules se mide normalmente al colocar un cilindro (bobina) de diámetro y longitud apropiados (normalmente la bobina A) en una suspensión de arcilla de muestra. Las viscosidades de Hércules de diversas muestras se pueden comparar al mantener constante el porcentaje de concentración de sólidos de la muestra, el tamaño de la bobina y la fuerza aplicada. El viscosímetro Hércules aplica una fuerza a la bobina que hace que gire a una velocidad de aceleración controlada. A medida que el viscosímetro aumenta la velocidad de rotación de la bobina, aumenta la resistencia viscosa sobre la taza. Las suspensiones de arcilla con baja reología de alto corte 15 ejercerán la fuerza máxima medible sobre la taza a una rpm de bobina menor que las suspensiones de arcilla con "buena" reología de alto corte. Por lo tanto, la viscosidad de Hércules se expresa normalmente en términos de tasas de rotación de bobina, o revoluciones por minuto (rpm) en función de la fuerza aplicada relativa (dinas). Un "punto final de dina" es una indicación de viscosidad de Hércules muy baja. Se alcanza un punto final de dina cuando la bobina alcanza sus rpm máximas antes de que se ejerza la fuerza máxima medible sobre la taza.

20 En un aspecto, la suspensión estabilizada de caolín divulgada en este documento puede tener una viscosidad de Brookfield a 50% de sólidos ajustados que varían, por ejemplo, desde aproximadamente 300 cps (300 mPa.s) hasta aproximadamente 700 centipoises (700 mPa.s) según se determina mediante un viscosímetro digital modelo Brookfield DV.1 utilizando un eje #2 a 20 rpm. La suspensión de caolín estabilizada también puede tener una viscosidad de Brookfield a 50% de sólidos ajustados de, por ejemplo, por lo menos aproximadamente 400 cps (400 mPa.s) según se determina por un viscosímetro digital modelo Brookfield DV.1 utilizando un eje #2 a 20 rpm. 25

En una realización, la suspensión de caolín estabilizada tiene una viscosidad de Hércules a 50% de sólidos ajustados de menos de 10 dinas (10^{-4} N) a 4400 rpm utilizando una bobina "A".

30 Cuando se utiliza un estabilizador tal como carboximetilcelulosa, la suspensión de caolín estabilizada puede tener un pH que varía, por ejemplo, desde aproximadamente 5.5 hasta aproximadamente 9.5, y adicionalmente, por ejemplo, desde aproximadamente 6.5 hasta aproximadamente 7.5. Sin embargo, cuando no se utiliza estabilizador, el pH normalmente puede variar desde aproximadamente 4.5 hasta aproximadamente 7.5, tal como desde aproximadamente 5.0 hasta aproximadamente 6.5, adicionalmente tal como desde aproximadamente 5.0 hasta aproximadamente 6.0, incluso adicionalmente tal como desde aproximadamente 5.5 hasta aproximadamente 6.0, y incluso adicionalmente tal como desde aproximadamente 5.7 hasta aproximadamente 5.8.

35 La prueba de vertido se puede utilizar como un indicador de la estabilidad a largo plazo de las suspensiones de caolín. En la prueba de vertido, se colocan una serie de muestras de la suspensión en vasos de precipitados y se pesan. En los intervalos de tiempo seleccionados, uno de los vasos de precipitado se vuelca y se permite que la muestra se vierta durante un período de 1 minuto. El vaso de precipitado se vuelve a pesar y el porcentaje de muestra que se vierte con éxito desde el vaso de precipitados se determina como un porcentaje del peso de la muestra inicial total. En general, cuanto mayor es el porcentaje de prueba de vertido, más estable es la suspensión 40 contra la sedimentación.

Por lo menos un estabilizador divulgado en este documento comprende, por ejemplo, por lo menos un espesante celulósico, tal como CMC. Por lo menos un espesante celulósico se puede elegir, por ejemplo, entre alquil celulosas, etilhidroxietil celulosas, hidroximetil celulosas, hidroxietil celulosas e hidroxipropil celulosas. Adicionalmente, por lo 45 menos un estabilizador divulgado en este documento se puede elegir, por ejemplo, de montmorillonita, arcillas esmectíticas, uretanos etoxilados hidrófobamente modificados, poliacrilatos de alto peso molecular, polivinilpirrolidona, alginato de sodio, goma de xantano, espesantes de sílice, silicato de magnesio y sodio, copolímeros de ácido acrílico y poliéteres no iónicos modificados hidrófobamente.

50 Por lo menos un estabilizador divulgado en este documento puede estar presente en una cantidad que varía desde aproximadamente 0.01% hasta aproximadamente 4% en peso, tal como desde aproximadamente 0.01% hasta aproximadamente 2% en peso, con relación al peso total de la suspensión.

En una realización, la suspensión de caolín estabilizada divulgada en este documento es sustancialmente libre de cualquier dispersante (es decir, que comprende menos de 100 ppm en peso del dispersante sobre una base seca). En otra realización, la suspensión de caolín estabilizada divulgada en este documento comprende adicionalmente

por lo menos un dispersante. En el caso en donde existe un dispersante en la suspensión de caolín estabilizada divulgada en este documento, por lo menos un dispersante está presente en una cantidad de, por ejemplo, menos de aproximadamente 250 ppm sobre una base seca, tal como que varía desde aproximadamente 100 ppm hasta aproximadamente 200 ppm en peso sobre una base seca con relación al peso total de la suspensión. En otra realización, por lo menos un dispersante está presente en una cantidad desde aproximadamente 100 ppm hasta aproximadamente 500 ppm en peso sobre una base seca, con relación al peso total de la suspensión.

Por lo menos un dispersante divulgado en este documento puede comprender, por ejemplo, por lo menos un polielectrolito seleccionado, por ejemplo, de poliacrilatos y copolímeros que comprenden por lo menos un poliacrilato, polifosfatos, y silicatos tal como silicato de sodio, silicato de litio, y silicato de amonio.

De acuerdo con el método para elaborar una suspensión de caolín estabilizada divulgada en este documento, se puede realizar la operación de filtrado y enjuague de una suspensión de caolín en agua para eliminar el residuo de sal mediante cualquier procedimiento convencional conocido en el campo. Por ejemplo, se puede utilizar un embudo de filtración de laboratorio unido a un matraz para la operación de filtrado y enjuague, que simula la acción de filtrado/desecación mediante un filtro de vacío rotatorio típico. La parte superior del embudo tiene forma de taza grande con fondo plano y poroso. El papel de filtro se coloca sobre el fondo poroso de la taza de embudo. La suspensión se vierte en la taza. El matraz unido debajo del embudo está conectado a una bomba de vacío que lleva el agua a través del papel de filtro dentro del matraz. Después de filtrar el agua, se forma una torta húmeda de caolín en la taza. Luego se puede verter agua adicional en la taza una o más veces para efectuar la operación de enjuague. Otros métodos de desecación convencionales que se pueden utilizar de acuerdo con la presente invención incluyen adicionalmente clarificación, sedimentación, lavado centrífugo, filtración rotatoria al vacío y filtración a presión.

Al medir la conductividad del caolín resultante después de filtrar y enjuagar, se utilizan 10 g de suspensión de arcilla o torta de filtración del caolín sobre una base seca diluida al 10% de sólidos con agua desionizada. La conductividad se mide utilizando una sonda de conductividad de un medidor de conductividad mediante métodos convencionales conocidos en el campo, tales como a través del uso del Medidor de Conductividad Orion Modelo 120, en la unidad de mS o μ S.

En una realización, una suspensión de caolín se estabiliza utilizando el método divulgado en este documento y tiene un resultado de prueba de vertido de 28 días de por lo menos 80% de vertido, tal como por lo menos 85% de vertido, y adicionalmente tal como por lo menos 89% de vertido.

En algunas realizaciones, sustancialmente no se agrega dispersante a la suspensión de caolín en el método divulgado en este documento. Pero en otras realizaciones, el método para elaborar una suspensión de caolín estabilizada divulgada en este documento comprende adicionalmente agregar por lo menos un dispersante. Por lo menos un dispersante puede ser el mismo que se describió anteriormente. Puede estar presente en una cantidad que varía, por ejemplo, desde aproximadamente 100 ppm hasta aproximadamente 200 ppm en peso, con relación al peso total de la suspensión sobre una base seca.

El método para elaborar una suspensión de caolín estabilizada divulgada en este documento puede comprender adicionalmente flocular una suspensión de caolín antes de la operación de filtrado y enjuague. La floculación se puede lograr mediante cualquier proceso convencional conocido en el campo. Por ejemplo, la floculación se puede lograr al disminuir el pH de la suspensión de caolín a un valor de aproximadamente 5 o menos.

Adicionalmente, el método para elaborar una suspensión de caolín estabilizada puede comprender adicionalmente secar por pulverización una suspensión de caolín antes de la operación de filtrado y enjuague.

También se divulga en este documento un método para mejorar la estabilidad de una suspensión de caolín que comprende:

filtrar y enjuagar la suspensión de caolín en agua para eliminar residuo de sal de la misma, en la que la suspensión de caolín comprende caolín que tiene no más de aproximadamente 80% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 micras; y

agregar una cantidad efectiva de por lo menos un estabilizador, de tal manera que se mejora la estabilidad de la suspensión de caolín resultante según se mide por una prueba de vertido de 28 días.

El término "mejora" significa que la estabilidad según se mide por una prueba de vertido de 28 días de una suspensión de caolín sometida al método divulgado en este documento es mayor, es decir, se vierte un mayor porcentaje de la suspensión de caolín tratada que la suspensión de caolín no tratada originalmente.

Todos los porcentajes y cantidades expresados en este documento son en peso. Todas las cantidades, porcentajes y rangos expresados en este documento son aproximados.

La presente divulgación se ilumina adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitantes, que están destinados a ser solo de ejemplo de la divulgación. En los ejemplos que se muestran a continuación, se utilizan las siguientes abreviaturas:

C211 = poliacrilato de sodio; y

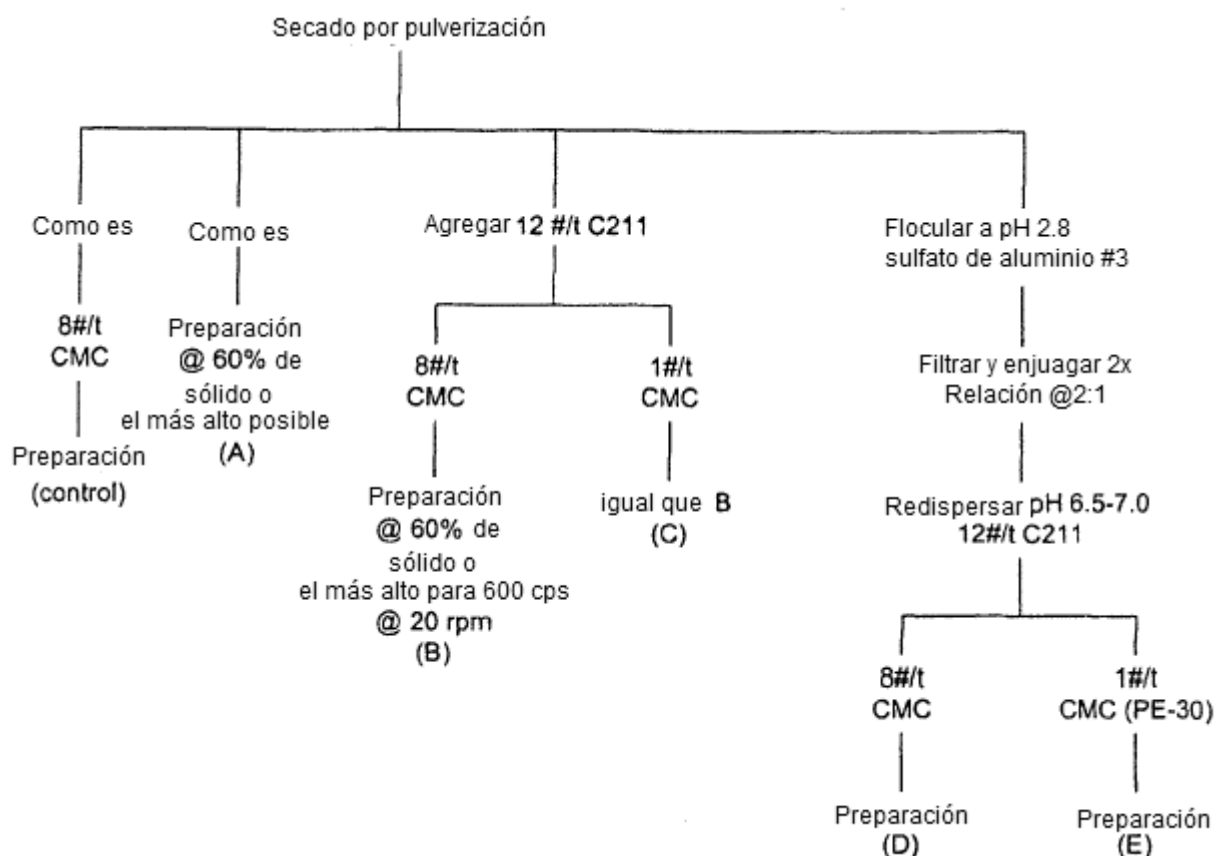
#/t = número de libras por tonelada (1#/t = aproximadamente 0.5 g por kg)

CMC = carboximetilcelulosa

EJEMPLOS

Ejemplo 1

En este ejemplo, una arcilla de caolín laminar gruesa que tiene una distribución de tamaño de partícula de tal manera que aproximadamente 56% en peso de las partículas tienen un ESD de menos de 2 micras y aproximadamente 9% en peso de las partículas tienen un ESD de menos de 0.25 micras. Esta arcilla de caolín laminar gruesa primero se secó por pulverización, y luego se sometió a uno de los seis métodos que se muestran a continuación: control, A, B, C, D y E:



El contenido de sólidos, la viscosidad de Brookfield, la viscosidad de Hércules y la estabilidad utilizando la prueba de vertido se midieron para cada suspensión de caolín resultante preparada a partir de esos seis métodos.

El método de la barra en T se utilizó para medir la distribución de viscosidad vertical de las muestras, que cambia a medida que se produce la sedimentación en el tiempo. Normalmente, la viscosidad de la porción superior de una muestra disminuirá y aquella de la porción inferior aumentará a medida que se produce la sedimentación. Las

mediciones de barra en T se realizan utilizando un viscosímetro Brookfield equipado con un Soporte Brookfield Helipath y un eje especial tipo "barra en T". El soporte Helipath sube o baja lentamente el viscosímetro Brookfield de tal manera que el elemento de corte giratorio del eje de barra en T describe una trayectoria helicoidal a través de la muestra de prueba. Al cortar siempre en material nuevo, se minimizan los problemas de canalización o separación.

- 5 En el ejemplo actual, las muestras se pueden considerar totalmente sedimentadas cuando la viscosidad de la barra en T superior se acerca a "0" cps ("0" mPa.s) y la inferior se acerca a 400.000 cps (400.000 mPa.s). En el ejemplo actual, la monitorización de una muestra dada finalizó después de una medición de sedimentación completa.

- 10 El método de prueba de vertido también se utilizó para evaluar la estabilidad a largo plazo de las suspensiones de caolín. En la prueba de vertido, se colocaron varias muestras de la suspensión en vasos de precipitados y se pesaron. En los intervalos de tiempo seleccionados, uno de los vasos de precipitados se volcó y la muestra se vertió durante un período de 1 minuto. El vaso de precipitados se volvió a pesar y se determinó el porcentaje de muestra que se vertió con éxito desde el vaso de precipitados como un porcentaje del peso de la muestra inicial total.

Los resultados se muestran en la tabla a continuación:

	% de sólidos	CPS #2, @20Dinas @ 4400 rpm (1 cps =rpm (1 Dina = 10 ⁻⁵ N)	Viscosidad de barra en T (1 cps) = 1 mPa.s)	% de vertido				
				día 0	día 7	día 14	día 21	día 28
A (Comparativo)	58.3	320	580 rpm	0/0	0/400.000+	-/-	-/-	18.5
B (Comparativo)	49.8	300	8.7 dinas	1600/1600	2400/22400	0/180.000	0/400.000+	26.7
C (Comparativo)	56.7	310	1240 rpm	1000/1000	2000/400.000+	-/-	-/-	16.7
D (Presente Divulgación)	47.4	330	6.0 dinas	800/800	3000/12000	4000/17000	3000/26000	89
E (Comparativo)	55.8	270	1820 rpm	0/0	0/400.000+	-/-	-/-	20.0
Control	52.9	610	100 dinas	4000/4000	10.000/64.000	24.000/400.000+	-/-	-/-

Como se muestra en la tabla, la suspensión de caolín elaborada bajo el método D, que está de acuerdo con la presente divulgación, se estabiliza, y tiene un resultado de prueba de vertido de 28 días de aproximadamente 89%, que exhibe estabilidad a largo plazo mejorada significativa.

Ejemplo 2

- 5 Las muestras de un caolín hidratado secado por pulverización que tiene un tamaño de partícula de 33% <2 micras, un factor de forma de aproximadamente 20 y un Brillo GE de aproximadamente 87, se preparó a aproximadamente 58% de sólidos. Las suspensiones se dosificaron con CMC PE-30 en diversos incrementos desde 0.5 libras (aproximadamente 0.25 g por kg) por tonelada hasta 8 libras por tonelada (aproximadamente 4 g por kg). Adicionalmente, las muestras se estabilizaron al flocular parcialmente las suspensiones con ácido sulfúrico. La mezcla se mezcló y se diluyó con agua para obtener una viscosidad de Brookfield final que variaba desde 600 cps (600 mPa.s) hasta 700 cps (700 mPa.s) cuando se leyó con un eje #2 a 20 rpm. Las muestras se vertieron luego en un frasco de medio litro para una prueba de estabilidad de 28 días de acuerdo con los procedimientos que se describen a continuación. Las muestras se analizaron para determinar la concentración de sólidos, la viscosidad de Brookfield a 20 rpm, el pH y la viscosidad de Hércules antes de comenzar la prueba de estabilidad.
- 10
- 15 La prueba de estabilidad incluye monitorizar la viscosidad de la suspensión en un período de 28 días utilizando un eje de barra en T. Las lecturas se tomaron a intervalos de 7 días y se leyeron a aproximadamente ½ pulgada desde la superficie superior de la suspensión para la lectura superior y aproximadamente ½ pulgada desde el fondo para la lectura inferior. Después de 28 días, se midió el porcentaje en peso de la suspensión que se vertió fuera del frasco en 1 minuto y se designó como el primer vertido. La muestra se devolvió al frasco y se agitó durante unos pocos segundos y de nuevo se vertió durante 1 minuto para obtener el porcentaje en peso de la suspensión para el segundo vertido. La viscosidad de Brookfield y la viscosidad de Hércules se midieron luego en este material.
- 20

- Con el fin de evaluar una suspensión con poca o muy poca cantidad de poliacrilato, se realizó una segunda serie de pruebas. Para el segundo conjunto de experimentos, se floculó un engobe con ácido sulfúrico a un pH de 3 y se blanqueó con 2 libras por tonelada (aproximadamente 1 g por kg) de hidrosulfito de sodio. Esto luego se filtró y la torta del filtro se utilizó para los siguientes experimentos. Estas muestras luego se prepararon y probaron como se describió anteriormente.
- 25

Cuando se utilizó CMC PE-30 como estabilizador, las suspensiones requirieron altas dosis para mantener una suspensión estable durante los 28 días completos de la prueba. Véase la Tabla 2. No se obtuvieron buenos resultados hasta que se utilizó una tasa de dosis de 8.0 libras por tonelada (aproximadamente 4 g por kg).

30 Tabla 2: Pruebas con CMC

Producto químico	#T (1#T = 0.5 g por kg)	pH	% de sólidos	Brookfield (cps) # (2 @ 20= rpm (cps = 1mPa.s)	Hércules (rpm)	Días estable	Resultado	% de prueba de vertido
ninguno	0.0	6.7	58.0	544	2230	28	sedimentada	
CMC PE30	0.5	6.7	58.0	540	2170	14	sedimentada	
CMC PE30	1.0	6.7	58.0	600	1882	7	sedimentada	
CMC PE30	2.0	6.7	58.0	620	1614	14	sedimentada	
CMC PE30	4.0	6.7	58.0	724	1410	21	sedimentada	
ninguno	0.0	7.1	58.0	620	1458	21	sedimentada	
CMC PE30	0.5	7.1	58.0	640	1540	7	sedimentada	
CMC PE30	1.0	7.0	58.0	480	1328	7	sedimentada	
CMC PE30	2.0	6.9	58.0	606	1206	14	sedimentada	

Producto químico	#T (1#T = 0.5 g por kg)	pH	% de sólidos	Brookfield (cps) # (2 @ 20= rpm (cps = 1mPa.s)	Hércules (rpm)	Días estable	Resultado	% de prueba de vertido
CMC PE30	4.0	6.9	57.9	670	1206	14	sedimentada	
CMC PE30	2.0	6.8	57.9	540	1430	7	sedimentada	
CMC PE30	8.0	7.1	50.0	480		28	estable	95.7
CMC PE30	8.0	7.1	52.5	620		28	estable	92.9
CMC PE30	8.0	7.1	50.0	412		28	estable	97.0
CMC PE30	8.0	7.1	52.5	644		28	estable	89.6

Ejemplo 3

El uso de ácido sulfúrico para flocular parcialmente la suspensión al mismo tiempo que permite que permanezca lo suficientemente fluido para bombear también se probó como un mecanismo para estabilizar las suspensiones gruesas de interés. Estas pruebas mostraron que la suspensión de relleno gruesa se podría estabilizar más efectivamente utilizando ácido sulfúrico a un pH que varía a desde aproximadamente 5.5 hasta aproximadamente 6.0. Véase Tabla 3.

Tabla 3: Pruebas usando ácido sulfúrico

Producto químico	#T (1#T = 0.5 g por kg)	pH	% de sólidos	Brookfield (cps) #2 @20 rpm (1cps = 1mPa.s)	Hércules (dinas) (1 dina = 10-5 N)	Días estable	Resultado	% de prueba de vertido
H ₂ SO ₄	pH 6.0	6.0	58.0	700		28	estable	95.0
H ₂ SO ₄	pH 6.5	6.5	58.0	600		21	sedimentada	
CMC+H ₂ SO ₄	1 + pH 6.5	6.5	58.0	620		7	sedimentada	
H ₂ SO ₄	pH 5.5	5.4	55.3	600	10.8	28	estable	97.2
H ₂ SO ₄	pH 5.0	5.0	52.7	600	5.0	28	estable	95.5
H ₂ SO ₄	pH 5.5	5.5	54.6	600	11.5	28	estable	97.8
H ₂ SO ₄	pH 5.0	5.0	52.0	600	5.5	28	estable	96.2

Estas pruebas muestran que el pH solo se podría utilizar para hacer una suspensión estable a partir de la suspensión de caolín hidratado espesa. Por ejemplo, el pH puede variar desde aproximadamente 5.5 hasta aproximadamente 6.0. Sin embargo, sin la adición de una pequeña cantidad de poliacrilato, los sólidos de la suspensión se deben mantener por debajo de aproximadamente 50% con el fin de que sean lo suficientemente fluidos como para bombear fácilmente. La adición de solo 0.5 libras por tonelada (es decir, aproximadamente 0.25 kilogramos por tonelada) (aproximadamente 0.25 g por kg) podría permitir que la carga de sólidos de la suspensión aumentara en el rango de aproximadamente 54% a aproximadamente 58%. Por ejemplo, se pudieron lograr resultados cuando el poliacrilato se agregó después de la ceniza de soda o al mismo tiempo. El corte excesivo también puede tener un efecto perjudicial sobre los sólidos de la suspensión. Por ejemplo, una prueba que cortó la suspensión durante 30 minutos en una licuadora Waring redujo los sólidos de la suspensión final desde 57% hasta 54%.

Otras realizaciones serán evidentes para aquellos expertos en la técnica a partir de la consideración de la especificación. Otras realizaciones serán evidentes para aquellos expertos en la técnica a partir de la consideración de la especificación y práctica de la divulgación divulgada en este documento. Se pretende que la especificación y los ejemplos se consideren solo a modo de ejemplo, con un verdadero alcance de la invención que se indica mediante las siguientes reivindicaciones

5

REIVINDICACIONES

1. Una suspensión de caolín que comprende: un caolín que comprende no más de 80% en peso de partículas que tienen un diámetro esférico equivalente (ESD) de menos de 2 μm (micras); en la que dicha suspensión de caolín tiene un contenido de sólidos de por lo menos 40%, y un resultado de prueba de vertido de 28 días de por lo menos 80% de vertido, en la que dicha suspensión de caolín tiene un pH que varía desde 5.0 hasta 6.0.
2. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha suspensión de caolín tiene un pH que varía desde 5.5 hasta 6.0.
3. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 2, en la que dicha suspensión de caolín tiene un pH que varía desde 5.7 hasta 5.8.
4. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha suspensión de caolín es sustancialmente libre de un dispersante.
5. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha suspensión de caolín comprende por lo menos un dispersante.
6. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 5, en la que por lo menos un dispersante está presente en una cantidad de menos de 250 ppm sobre una base seca con relación al peso total de la suspensión.
7. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 5, en la que por lo menos un dispersante está presente en una cantidad que varía desde 100 ppm hasta 500 ppm sobre una base seca con relación al peso total de la suspensión.
8. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 5, en la que dicho por lo menos un dispersante se selecciona de poliacrilatos, polifosfatos, y silicatos.
9. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha suspensión de caolín tiene un resultado de prueba de vertido de 28 días de por lo menos 85% de vertido.
10. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 9, en la que dicha suspensión de caolín tiene un resultado de prueba de vertido de 28 días de por lo menos 89% de vertido.
11. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicho caolín comprende no más de 70% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 μm (micras).
12. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 11, en la que dicho caolín comprende no más de 60% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 μm (micras).
13. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 12, en la que dicho caolín comprende no más de 50% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 μm (micras).
14. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 13, en la que dicho caolín comprende no más de 40% en peso de partículas que tienen un ESD de menos de 2 μm (micras).
15. La suspensión de caolín de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicha suspensión de caolín tiene un contenido de sólidos que varía desde 45% hasta 60%.