

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 728 380**

51 Int. Cl.:

C01F 11/18 (2006.01)

C09C 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.01.2015** **E 15150367 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.03.2019** **EP 3042878**

54 Título: **Proceso para obtener un CCM ultrafino con propiedades de elevada dispersión de luz y elevado contenido de sólidos**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
24.10.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

GANTENBEIN, DANIEL;
GANE, PATRICK A. C.;
ORTEN, ROLF ENDRE;
WEIHS, JAN PHILIPP;
HUNZIKER, PHILIPP;
AMUNDSEN, ASBJØRN HØYEM;
SANDVIK, TOMMY y
JENSEN, BJØRN

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 728 380 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para obtener un CCM ultrafino con propiedades de elevada dispersión de luz y elevado contenido de sólidos

La presente invención se refiere a un proceso para la fabricación de un material que comprende carbonato de calcio.

5 Especialmente en el campo de la fabricación de papel y cartón, los CCMs ultrafinos son muy deseables para obtener estructuras de revestimiento de elevado brillo, elevada dispersión de luz y sumamente absorbentes.

Sin embargo, tales productos solo se pueden obtener en un proceso en el que no haya presente ningún dispersante. Para superar los problemas de la elevada viscosidad, la suspensión acuosa del CCM, por tanto, se tiene que diluir con agua. Como resultado, se debe eliminar una gran cantidad de agua tras la molienda. Los métodos típicos de desagüe implican la centrifugación o evaporación. Como consecuencia, el producto obtenido también tiene una
10 distribución de tamaños de partículas muy pronunciada. En muchas ocasiones es muy deseable tener un producto que consista en partículas que estén distribuidas de manera muy estrecha alrededor de un tamaño específico.

El problema de este método es que debido a las dimensiones ultrafinas e incluso de tamaño nanométrico (<100 nm) del producto obtenido, una parte de este material se separa durante la centrifugación, por lo que se pierde parte de la fracción ultrafina necesaria. Además, el rendimiento tras la centrifuga es solamente de alrededor del 50%, y se debe eliminar más agua en una segunda etapa del proceso. Por lo tanto, esta aproximación provoca costes elevados y se limita a un contenido máximo de sólidos del 65% para el proceso de centrifugación. El problema del proceso de evaporación es que consume mucha energía, y sin un dispersante se limita a un contenido máximo de sólidos del 65%. La limitación del contenido de sólidos al 65% se debe principalmente al incremento de la viscosidad durante la evaporación.

20 Por ejemplo, en el momento de presentar la presente solicitud, la solicitud de patente europea sin publicar (número de solicitud: 14169923.1, presentada el 26 de mayo de 2014) del mismo solicitante que la presente solicitud se refiere a fragmentos que comprenden carbonato de calcio y a un proceso para la fabricación de estos fragmentos que comprende las etapas de a) proporcionar al menos un material que contiene carbonato de calcio, b) moler en húmedo el al menos un material que contiene carbonato de calcio y c) desaguar mecánicamente la suspensión acuosa para obtener los fragmentos.

El documento CA 2.187.471 se refiere a un método para la preparación de un carbonato de calcio precipitado (CCP) para el uso como pigmento en composiciones de revestimiento de papel, y el método comprende las etapas de (a) carbonatar un medio acuoso que contiene cal para producir una suspensión acuosa de un CCP de manera predominante en una forma cristalina seleccionada, (b) desaguar al menos parcialmente la suspensión que contiene CCP; y (c) someter a la suspensión que contiene CCP a trituración mediante molienda por desgaste de alto
30 cizallamiento con un medio de molienda por desgaste. La etapa de desagüe (b) se lleva a cabo preferiblemente mediante el uso de un dispositivo de filtro a presión que funciona a una presión de al menos 5 MPa, preferiblemente al menos 10 MPa. Se puede aplicar una etapa de reducción del pH tras las etapas (b) y (c).

El documento US 4.793.985 se refiere a un proceso para producir carbonato de calcio molido ultrafino en el que una piedra de alimentación seca se utiliza para producir una suspensión del 15 al 60% en peso de sólidos y se dispersa con un dispersante orgánico. La suspensión dispersada se alimenta en un molino de desgaste, donde se muele con bolas hasta un 50 a 70% menor de 2 µm. El carbonato de calcio molido se clasifica en una centrifuga hasta una corriente de producto que tiene del 70 al 99% de sus partículas con un tamaño menor de 2 µm y una corriente de flujo inferior de partículas mayores. La corriente de producto se trata con ozono, que sirve no solamente para
40 incrementar el brillo del producto, sino para devolver la suspensión a un estado no disperso. Después se elimina el agua de la suspensión de carbonato de calcio para producir un producto con un 58 al 69% de sólidos, adecuado para preparar una suspensión con un contenido superior de sólidos o para el secado por pulverización.

El documento EP 0894 836 A1 se refiere a una suspensión que consiste en (A) 25 al 70 %p de pigmento que contiene carbonato aglomerado, con una distribución específica de tamaños de partículas, (B) 0,1 al 1,0 %p de un dispersante conocido o disponible comercialmente que evita que el pigmento aglomerado se fragmente de nuevo en la suspensión y (C) agua (hasta un 100 %p). También se reivindica un proceso para la producción de la suspensión, y este proceso comprende, entre otros, el desagüe mediante el uso de una prensa de filtro.

El documento WO 00/39029 A2 se refiere a un método para la producción de una suspensión acuosa concentrada reológicamente estable de un carbonato de metal alcalinotérreo particulado, y el método comprende las siguientes etapas: (a) preparar una suspensión acuosa diluida del carbonato que tiene un contenido de sólidos como máximo del 40% en peso; (b) desaguar la suspensión acuosa diluida para formar una suspensión de carbonato que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 45% al 65% en peso; (c) mezclar opcionalmente con la suspensión desaguada formada en la etapa (b) un agente dispersante para que el carbonato forme una suspensión fluida; (d) desaguar adicionalmente la suspensión fluida formada en la etapa (b) mediante evaporación térmica a presión reducida para elevar el contenido de sólidos de la suspensión en una cantidad diferencial adicional de al menos un
55 5% en peso; y (e) después de haber eliminado agua al menos en cierta cantidad en la etapa (c), tratar la suspensión mediante un proceso de trabajo mecánico en el cual se disipa al menos 1 kWhr por tonelada de carbonato en peso seco para refluidizar la suspensión.

5 El documento EP 0 850 685 A2 se refiere a un método de producción de una suspensión acuosa dispersada de un material particulado inorgánico que incluye las etapas de (a) preparar una suspensión acuosa de partículas de carbonato de calcio que tienen una distribución de tamaños de partículas tal que al menos un 35% en peso tienen un ESD menor de 2 μm , y la concentración de sólidos de la suspensión no es mayor del 40% en peso seco; (b)

10 concentrar la suspensión eliminando el agua para incrementar el contenido de sólidos hasta al menos un 60% en peso seco; y (c) añadir un agente dispersante a la suspensión concentrada para dispersar las partículas de carbonato de calcio.

El documento EP 0 795 588 A1 se refiere a un color de tinción que contiene del 28 al 51 %p de agua y del 43 al 64 %p de pigmento de carbonato (I), especialmente pigmento de carbonato de calcio (IA), y del 6 al 8 %p de un aglutinante habitual y aditivos habituales. También se reivindica un método de producción del color.

El documento EP 0 894 844 A1 se refiere a un producto seco de pigmento que consiste en un 96 al 100 %p de pigmento aglomerado que contiene carbonato, y del 0 al 4 %p de humedad residual de agua. También se reivindica la preparación del anterior producto seco de pigmento.

15 El documento EP 2 292 701 A1 se refiere a un proceso para preparar una suspensión acuosa de carbonato de calcio dispersado, en el que el revestimiento resultante de dicha suspensión proporciona propiedades opacas o tiene un coeficiente específico de dispersión de luz S. Con el incremento del contenido de sólidos, disminuye el coeficiente de dispersión de la luz S.

20 Sin embargo, ninguno de los documentos anteriores menciona explícitamente métodos de fabricación eficientes para la preparación de materiales que comprenden carbonato de calcio que proporcionen estructuras de revestimiento de elevado brillo, elevada dispersión de luz y sumamente absorbentes, y que permitan un desagüe eficaz de los materiales que comprenden carbonato de calcio.

25 Por lo tanto, existe una necesidad continua de materiales que comprendan carbonato de calcio que proporcionen un comportamiento mejorado en comparación con los materiales que comprenden carbonato de calcio existentes, y en especial un material que comprenda carbonato de calcio que tenga estructuras de revestimiento de elevado brillo, elevada dispersión de luz y sumamente absorbentes. Además, se desea proporcionar un proceso para la fabricación de tal material que comprenda carbonato de calcio que sea eficaz y permita proporcionar suspensiones acuosas de elevado contenido de sólidos, y de ese modo permita un desagüe suficiente del sistema.

30 Por lo tanto, un objetivo de la presente invención consiste en proporcionar un proceso para la fabricación de un material que comprenda carbonato de calcio. Otro objetivo también se puede considerar la provisión de un proceso muy eficaz para la fabricación de un material que comprenda carbonato de calcio ultrafino. Un objetivo adicional se puede considerar la provisión de un proceso muy eficaz para la fabricación de un material que comprenda carbonato de calcio que tiene un elevado contenido de sólidos. Otro objetivo se puede considerar la provisión de un desagüe muy eficaz de una suspensión acuosa que comprende un material que comprende carbonato de calcio. Un objetivo adicional se puede considerar la provisión de un proceso muy eficaz para la fabricación de un material que

35 comprende carbonato de calcio que tiene estructuras de revestimiento de elevado brillo, elevada dispersión de luz y sumamente absorbentes, y en especial un brillo y/o dispersión de luz mejorados en comparación con un material que comprende carbonato de calcio preparado mediante un proceso convencional que usa la evaporación o centrifugación.

40 Uno o más de los problemas anteriores y otros problemas se resuelven mediante la materia definida en la presente memoria en las reivindicaciones independientes. Se definen realizaciones ventajosas de la presente invención en las sub-reivindicaciones correspondientes.

Un primer aspecto de la presente invención se refiere a un proceso para la fabricación de un material que comprende carbonato de calcio. El proceso comprende las etapas de

45 a) proporcionar una suspensión acuosa sustancialmente exenta de dispersante de al menos un material que comprende carbonato de calcio que comprende un agente dispersante en una cantidad $\leq 0,005$ %p, respecto del peso seco total del al menos un material que comprende carbonato de calcio, en la que la suspensión acuosa tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 10,0 al 80,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa;

50 b) moler en húmedo la suspensión acuosa proporcionada en la etapa a) en al menos una etapa de molienda para obtener una suspensión acuosa de al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso $d_{50} < 0,4$ μm ;

c) desaguar la suspensión acuosa obtenida en la etapa b) en una prensa de tubos para obtener una torta de filtración que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 40,0 al 88,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración;

55 d) desaglomerar la torta de filtración obtenida en la etapa c) en un molino celular, en el que la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende

carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 a 1,0 μm ;

- e) añadir al menos un agente dispersante a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d) y mezclar la torta de filtración y el al menos un agente dispersante para obtener una suspensión acuosa que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 70,0 al 80,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

5

El material que comprende carbonato de calcio, que se obtiene mediante el proceso inventivo, se puede usar como relleno de papel y en aplicaciones de revestimiento de papel, aplicaciones de papel de cigarrillos, para aplicaciones de plásticos o en pinturas, revestimientos, adhesivos, sustitución de dióxido de titanio, preferiblemente en pinturas, selladores, alimentos, forrajes, productos farmacéuticos, hormigón, cemento, productos cosméticos, tratamiento de aguas y/o aplicaciones en agricultura.

10

Según una realización del presente proceso, el al menos un agente dispersante se añade exclusivamente durante la etapa e).

Según otra realización del presente proceso, el al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la suspensión acuosa de la etapa a) es dolomita y/o un carbonato de calcio molido natural (CCMN), tal como uno o más de mármol, piedra caliza y/o creta.

15

Según otra realización del presente proceso, el contenido de sólidos de la suspensión acuosa sustancialmente exenta de dispersante de la etapa a) está en el intervalo del 15,0 al 50,0 %p, y preferiblemente del 20,0 al 38,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

20

Según una realización del presente proceso, el contenido de sólidos de la suspensión acuosa obtenida en la etapa de molienda b) está en el intervalo del 5,0 al 30,0 %p, y preferiblemente del 10,0 al 20,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

Según otra realización del presente proceso, la etapa de desagüe c) se lleva a cabo a) en un filtro a presión de placa vertical, una prensa de tubos o un filtro de vacío, preferiblemente en una prensa de tubos, y/o b) a presión, preferiblemente a una presión de 20,0 a 140,0 bares, más preferiblemente de 65,0 a 120,0 bares, y lo más preferiblemente de 80,0 a 110,0 bares.

25

Según una realización del presente proceso, el contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa de desagüe c) está en el intervalo del 45,0 al 88,0 %p, y preferiblemente en el intervalo del 45,0 al 85,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración.

30

Según otra realización del presente proceso, el proceso comprende además la etapa de secado f) de la torta de filtración obtenida en la etapa c) mediante un método térmico para obtener una torta de filtración que tiene un contenido de sólidos que es superior al contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa c), y preferiblemente el secado se lleva a cabo antes o durante la etapa de desaglomeración d).

Según otra realización del presente proceso, el contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa de secado está en el intervalo del 45,0 al 99,0 %p, y preferiblemente en el intervalo del 60,0 al 90,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración.

35

Según una realización del presente proceso, la etapa de secado se lleva a cabo a una temperatura entre 50 y 150 $^{\circ}\text{C}$, preferiblemente entre 60 y 130 $^{\circ}\text{C}$, y lo más preferiblemente entre 80 y 125 $^{\circ}\text{C}$.

Según el presente proceso, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 a 1,0 μm .

40

Según otra realización del presente proceso, el al menos un agente dispersante se selecciona del grupo que consiste en sales de sodio, potasio, calcio, magnesio, litio, estroncio, amina primaria, amina secundaria, amina terciaria y/o sales de amonio, según lo cual las sales de amina son lineales o cíclicas, homopolímeros o copolímeros al menos parcialmente neutralizados de ácido (met)acrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico y los derivados de estos ácidos, preferiblemente ésteres o amidas tales como metacrilato de metilo, acrilato de metilo, acrilamida, fosfato sódico dibásico o polifosfatos tales como polifosfatos alcalinos, carboximetilcelulosa, dispersantes estéricos, polímeros de tipo peine y/o sus mezclas, preferiblemente poliacrilato sódico que tiene un peso molecular P_M de 4000 a 10000 g/mol, preferiblemente de 4000 a 8000 g/mol y lo más preferiblemente de aproximadamente 6000 g/mol.

45

Según una realización del presente proceso, el contenido de sólidos de la suspensión acuosa obtenida en la etapa de dispersión e) es preferiblemente de entre un 70,0 y 75,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

50

Según otra realización del presente proceso, el proceso comprende además la etapa g) de tratar el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa d) o f) con al menos un agente de hidrofobicidad, preferiblemente un ácido carboxílico alifático que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C4 a C24 y/o al

menos un anhídrido succínico mono-sustituido que consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de un grupo lineal, ramificado, alifático y cíclico que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30 en el sustituyente y/o una mezcla de éster de ácido fosfórico de uno o más monoéster de ácido fosfórico y uno o más diéster fosfórico, para obtener una suspensión acuosa que comprende un material que comprende carbonato de calcio que comprende en al menos una parte del área de superficie accesible una capa de tratamiento que comprende el agente de hidrofobicidad.

Se debería entender que para el fin de la presente invención, los siguientes términos tienen el siguiente significado.

La expresión "material que comprende carbonato de calcio" se refiere a un material que comprende al menos un 50,0 %p de carbonato de calcio, respecto del peso seco total del material que comprende carbonato de calcio.

A lo largo del presente documento, el "tamaño de partícula" de un carbonato de calcio y otros materiales se describe mediante su distribución de tamaños de partículas. El valor d_x representa el diámetro respecto del que x % en peso de las partículas tienen diámetros menores que d_x . Esto significa que el valor d_{20} es el tamaño de partícula en el que el 20 %p de todas las partículas son más pequeñas, y el valor d_{75} es el tamaño de partícula en el que el 75 %p de todas las partículas son más pequeñas. El valor d_{50} es, por tanto, el tamaño de partícula mediano en peso, es decir, un 50 %p de todos los granos son mayores y el 50 %p restante de los granos son menores que este tamaño de partícula. Para el fin de la presente invención, el tamaño de partícula se especifica como el tamaño de partícula mediano en peso d_{50} , a menos que se indique de otra manera. Para determinar el valor d_{50} del tamaño de partícula mediano en peso se puede utilizar un aparato Sedigraph. Para el fin de la presente invención, el "tamaño de partícula" del carbonato de calcio reaccionado superficialmente se describe como distribuciones de tamaños de partículas determinadas en volumen. Para determinar la distribución de tamaños de partículas determinada en volumen, p.ej., el diámetro de granos mediano en volumen (d_{50}) o el tamaño de partículas de corte superior determinado en volumen (d_{98}) de carbonato de calcio reaccionado superficialmente, se puede usar un aparato Malvern Mastersizer 2000. La distribución de tamaños de partículas determinada en peso puede corresponder al tamaño de partícula determinado en volumen si la densidad de todas las partículas es igual.

Un "área de superficie específica (ASE)" de un carbonato de calcio, en el sentido de la presente invención, se define como el área de superficie del carbonato de calcio dividido por su masa. Tal como se usa en la presente memoria, el área de superficie específica se mide mediante la adsorción de gas nitrógeno con el uso de la isoterma BET (ISO 9277:2010), y se especifica en m^2/g .

El término "desagüe", en el sentido de la presente invención, significa una reducción del contenido de agua y un incremento del contenido de sólidos que se obtiene mediante el uso de una prensa de tubos.

Cuando se usa la expresión "que comprende" en la presente descripción y las reivindicaciones, no excluye otros elementos. Para los fines de la presente invención, la expresión "que consiste en" se considera que es una realización preferida de la expresión "que comprende". Si más adelante en la presente memoria se define que un grupo comprende al menos un cierto número de realizaciones, también se debe entender que esto describe un grupo que preferiblemente consiste solamente en estas realizaciones.

Cuando se usa un artículo indefinido o definido al hacer referencia a un nombre singular, p.ej. "un", "uno/una" o "el/la", incluye el plural de ese nombre, a menos que se indique específicamente otra cosa.

Los términos como "obtenible" o "definible" y "obtenido" o "definido" se usan de manera intercambiable. Esto significa, p.ej., que, a menos que el contexto lo dicte claramente de otra manera, el término "obtenido" no pretende indicar que, p.ej., una realización se debe obtener, p.ej., mediante la secuencia de etapas tras el término "obtenido", aunque dicha comprensión limitada siempre está incluida en los términos "obtenido" o "definido" como una realización preferida.

A continuación, se describirán con más detalle los detalles y realizaciones preferidas del proceso inventivo para la fabricación de un material que comprende carbonato de calcio. Se debe entender que estos detalles técnicos y realizaciones también son aplicables al material que comprende carbonato de calcio inventivo y a su uso.

Etapa a): Proporcionar una suspensión acuosa sustancialmente exenta de dispersante.

Según la etapa a) del presente proceso, se proporciona una suspensión acuosa sustancialmente exenta de dispersante de al menos un material que comprende carbonato de calcio que comprende un agente dispersante en una cantidad de $\leq 0,005$ %p, respecto del peso seco total del al menos un material que comprende carbonato de calcio. Se requiere que la suspensión acuosa tenga un contenido de sólidos en el intervalo del 10,0 al 80,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

Se aprecia que el al menos un material que comprende carbonato de calcio de la etapa a) se proporciona en forma de una suspensión acuosa. A este respecto, el al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) puede tener cualquier distribución de tamaños de partículas que posibilite que el material se someta a una etapa de molienda en húmedo. Por lo tanto, el al menos un material que comprende carbonato de calcio se puede proporcionar como un material triturado, por ejemplo, en forma machacada o

premolida. Preferiblemente, el al menos un material que comprende carbonato de calcio de la etapa a) se proporciona en una forma premolida.

5 Según una realización, se obtiene el al menos un material que comprende carbonato de calcio de la etapa a) mediante premolienda en seco. Según otra realización de la presente invención, se obtiene el al menos un material que comprende carbonato de calcio de la etapa a) mediante premolida en húmedo y secado posterior opcional.

10 En general, la etapa de premolienda para obtener el al menos un material que comprende carbonato de calcio de la etapa a) se puede llevar a cabo con cualquier dispositivo de molienda convencional, por ejemplo, en condiciones tales que el refinado es resultado predominantemente de los impactos con un cuerpo secundario, es decir, en uno o más de: un molino de bolas, un molino de barras, un molino vibratorio, un triturador de rodillos, un molino de impacto centrífugo, un molino de perlas vertical, un molino de desgaste, un molino de púas, un molino de martillos, un pulverizador, un triturador, un separador de terrones, una cortadora de cuchillas, u otro equipo similar conocido por los expertos. En caso de que el al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) comprenda un material que comprende carbonato de calcio premolido en húmedo, la etapa de premolienda se puede llevar a cabo en condiciones tales que se produzca la molienda autógena y/o mediante molienda de bolas horizontal, y/u otros procesos similares conocidos por los expertos. El material que comprende carbonato de calcio premolido procesado en húmedo así obtenido se puede lavar y se puede desaguar mediante procesos muy conocidos, p.ej., floculación, filtración o evaporación forzada antes del secado. La etapa posterior de secado se puede llevar a cabo en una sola etapa, tal como secado por pulverización, o en al menos dos etapas. También es habitual que dicho material que comprende carbonato de calcio se someta a una etapa de beneficio, tal como una etapa de flotación, blanqueo o separación magnética, para eliminar impurezas.

15 Según una realización, el al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) tiene un tamaño de partícula mediano en peso d_{50} que oscila de 0,1 a 200,0 μm , preferiblemente de 0,2 a 100,0 μm , y más preferiblemente de 0,5 a 50,0 μm , tal como se mide mediante el método de sedimentación.

20 La suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio tiene un contenido de sólidos del 10,0 %p al 80,0 %p, preferiblemente del 15,0 %p al 50,0 %p, y lo más preferiblemente del 20,0 %p al 38,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa. Por ejemplo, la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) tiene un contenido de sólidos del 25,0 %p al 38,0 %p o del 30,0 %p al 38,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

25 Una "suspensión espesa" o "suspensión" acuosa, en el sentido de la presente invención, comprende sólidos insolubles y agua, y normalmente puede contener grandes cantidades de sólidos y, por tanto, puede ser más viscosa y generalmente de mayor densidad que el líquido del cual se forma.

30 El término suspensión espesa o suspensión "acuosa" se refiere a un sistema en el que la fase líquida comprende, preferiblemente consiste en, agua. Sin embargo, dicho término no excluye que la fase líquida de la suspensión acuosa comprenda cantidades menores de al menos un disolvente orgánico miscible con agua seleccionado del grupo que comprende metanol, etanol, acetona, acetonitrilo, tetrahidrofurano y mezclas de los mismos. Si la suspensión acuosa comprende al menos un disolvente orgánico miscible con agua, la fase líquida de la suspensión acuosa comprende el al menos un disolvente orgánico miscible con agua en una cantidad del 0,1 al 40,0 %p, preferiblemente del 0,1 al 30,0 %p, más preferiblemente del 0,1 al 20,0 %p, y lo más preferiblemente del 0,1 al 10,0 %p, respecto del peso total de la fase líquida de la suspensión acuosa. Por ejemplo, la fase líquida de la suspensión acuosa consiste en agua.

35 El agua que se usará para preparar la suspensión acuosa de la etapa a) es agua corriente, agua desionizada, agua de proceso o agua de lluvia, o una mezcla de las mismas. Preferiblemente, el agua usada para preparar la suspensión acuosa de la etapa a) es agua corriente.

40 Un requisito del presente proceso es que la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) esté sustancialmente exenta de dispersante. Es decir, la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) comprende un dispersante en una cantidad $\leq 0,005$ %p, preferiblemente $\leq 0,002$ %p, y lo más preferiblemente $\leq 0,0005$ %p, respecto del peso seco total del al menos un material que comprende carbonato de calcio.

45 La suspensión acuosa sustancialmente exenta de dispersante comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio.

50 La expresión "al menos un" material que comprende carbonato de calcio, en el sentido de la presente invención, significa que el material que comprende carbonato de calcio comprende, preferiblemente consiste en, uno o más materiales que comprenden carbonato de calcio.

55 En una realización de la presente invención, el al menos un material que comprende carbonato de calcio comprende, preferiblemente consiste en, un material que comprende carbonato de calcio. De manera alternativa, el al menos un material que comprende carbonato de calcio comprende, preferiblemente consiste en, dos o más materiales que comprenden carbonato de calcio. Por ejemplo, el al menos un material que comprende carbonato de calcio

comprende, preferiblemente consiste en, dos o tres materiales que comprenden carbonato de calcio.

Preferiblemente, el al menos un material que comprende carbonato de calcio comprende, más preferiblemente consiste en, un material que comprende carbonato de calcio.

5 Según una realización de la presente invención, el al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la suspensión acuosa de la etapa a) es dolomita y/o carbonato de calcio molido natural (CCMN). Preferiblemente, el al menos un material que comprende carbonato de calcio es dolomita y carbonato de calcio molido natural (CCMN). De manera alternativa, el al menos un material que comprende carbonato de calcio es dolomita o carbonato de calcio molido natural (CCMN). Preferiblemente, el al menos un material que comprende carbonato de calcio es carbonato de calcio molido natural (CCMN).

10 La expresión "carbonato de calcio molido natural" (CCMN), en el sentido de la presente invención, se refiere a un carbonato de calcio obtenido de fuentes naturales, tales como piedra caliza, mármol y/o creta, y procesado a través de un tratamiento en húmedo y/o en seco tal como molienda, cribado y/o fraccionamiento, por ejemplo mediante un separador ciclónico o clasificador.

15 Según una realización de la presente invención, el carbonato de calcio molido natural (CCMN) es piedra caliza, mármol o creta. Más preferiblemente, el carbonato de calcio molido natural (CCMN) es piedra caliza o mármol. Lo más preferiblemente, el carbonato de calcio molido natural (CCMN) es mármol.

20 "Dolomita", en el sentido de la presente invención, es un mineral carbonático de magnesio y calcio que tiene la composición química de $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ (" $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$ "). El mineral de dolomita contiene al menos un 30,0 %p de MgCO_3 , respecto del peso total de dolomita, preferiblemente más del 35,0 %p, más preferiblemente más del 40,0 %p de MgCO_3 .

Según una realización de la presente invención, el al menos un material que comprende carbonato de calcio comprende, preferiblemente consiste en, partículas que consisten en carbonato de calcio en una cantidad $\geq 50,0$ %p, preferiblemente del 90,0 %p, más preferiblemente $\geq 95,0$ %p, y lo más preferiblemente $\geq 97,0$ %p, respecto del peso seco total del al menos un material que comprende carbonato de calcio.

25 El término "seco", con respecto al al menos un material que comprende carbonato de calcio, se entiende que es un material que tiene menos del 0,3 % en peso de agua respecto del peso del al menos un material que comprende carbonato de calcio. El % de agua se determina según el método de medida coulométrica de Karl Fischer, en el que la al menos una fuente natural de carbonato de calcio se calienta a 220 °C, y se determina el contenido de agua liberada en forma de vapor y aislada mediante el uso de una corriente de gas nitrógeno (a 100 ml/min) en una
30 unidad coulométrica de Karl Fischer.

Etapa b): Moler en húmedo la suspensión acuosa.

Según la etapa b) del presente proceso, la suspensión acuosa proporcionada en la etapa a) se muele en húmedo en al menos una etapa de molienda para obtener una suspensión acuosa de al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso $d_{50} < 0,4 \mu\text{m}$.

35 Se aprecia que la etapa b) del proceso se lleva a cabo preferiblemente en al menos una unidad de molienda para obtener el material que comprende carbonato de calcio molido en húmedo.

La expresión "molienda en húmedo", en el sentido del proceso según la presente invención, se refiere a la trituración (p.ej. en un molino de bolas) de un material sólido (p.ej. de origen mineral) en presencia de agua, lo que significa que dicho material está en forma de una pasta o suspensión acuosa.

40 Para los fines de la presente invención, se puede usar cualquier molino adecuado conocido en la técnica. Sin embargo, la etapa b) del proceso se lleva a cabo preferiblemente en un molino de bolas vertical u horizontal, más preferiblemente en un molino de bolas vertical. Dichos molinos de bolas verticales y horizontales consisten normalmente en una cámara de molienda cilíndrica, dispuesta vertical u horizontalmente, que comprende una barra agitadora de rotación axial rápida que está equipada con una diversidad de paletas y/o discos de agitación, tal como
45 se describe, por ejemplo, en el documento EP 0607840 A1. Se debe indicar que la etapa b) del proceso se lleva a cabo mediante el uso de al menos una unidad de molienda, es decir, también es posible usar una serie de unidades de molienda que se pueden seleccionar, por ejemplo, de molinos de bolas tales como los molinos de bolas verticales u horizontales.

50 La cantidad de agua que está presente durante la etapa b) del proceso se puede expresar mediante el contenido de humedad total, que se basa en el peso total de dicha suspensión. El proceso según la presente invención se caracteriza por que la etapa de molienda se lleva a cabo con un contenido bajo de sólidos, es decir, con un elevado contenido de humedad total, por ejemplo con un contenido de humedad total que oscila del 70,0 al 95,0 %p, respecto del peso total de dicha suspensión. Según una realización, el contenido de humedad total durante la etapa b) del proceso oscila del 80,0 al 90,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

Por tanto, se aprecia que la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio molido en húmedo durante la etapa b) del proceso tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 5,0 al 30,0 %p, y lo más preferiblemente del 10,0 al 20,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

5 Por tanto, se aprecia que la etapa b) del proceso se lleva a cabo preferiblemente en cuanto a que la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a) se diluye adicionalmente con agua hasta el contenido de sólidos deseado durante la etapa b) del proceso.

Por lo tanto, la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de sólidos inferior que la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a).

10 Así, la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) del proceso tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 5,0 al 30,0 %p, y lo más preferiblemente del 10,0 al 20,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

15 También se prefiere que la viscosidad Brookfield de la suspensión acuosa del al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) del proceso sea de 50 a 2500 mPa·s a 25 °C, preferiblemente de 100 a 1500 mPa·s a 25 °C, más preferiblemente de 100 a 1000 mPa·s a 25 °C, y lo más preferiblemente de 100 a 600 mPa·s a 25 °C.

20 Se debe indicar que la etapa b) del proceso se lleva a cabo de manera que el tamaño de partícula mediano en peso d_{50} del al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) se reduzca en comparación con el al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la etapa a). Por lo tanto, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un diámetro mediano en peso d_{50} de < 0,5 μm , tal como se mide según el método de sedimentación. Preferiblemente, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un diámetro mediano en peso d_{50} de < 0,4 μm , tal como se mide según el método de sedimentación.

25 En una realización, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un diámetro mediano en peso d_{50} de 0,05 a < 0,5 μm , preferiblemente de 0,1 a < 0,4 μm , y más preferiblemente de 0,2 a < 0,4 μm , tal como se mide mediante el método de sedimentación.

30 De manera adicional o alternativa, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de partículas de < 5 μm de > 80 %p, preferiblemente > 90 %p, y más preferiblemente > 95 %p, tal como se mide según el método de sedimentación. Por ejemplo, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de partículas de < 5 μm de > 98 %p o de alrededor del 100 %p, tal como se mide según el método de sedimentación.

35 En una realización, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de partículas de < 2 μm de > 80 %p, preferiblemente > 90 %p, y más preferiblemente > 95 %p, tal como se mide según el método de sedimentación. Por ejemplo, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de partículas de < 2 μm de > 98 %p o de alrededor del 100 %p, tal como se mide según el método de sedimentación.

40 De manera adicional o alternativa, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de partículas de < 1 μm de > 80 %p, preferiblemente > 90 %p, y más preferiblemente > 95 %p, tal como se mide según el método de sedimentación. Por ejemplo, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de partículas de < 1 μm de > 98 %p o de alrededor del 100 %p, tal como se mide según el método de sedimentación.

45 En una realización, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de partículas de < 0,2 μm de < 50 %p, preferiblemente < 40 %p, y más preferiblemente < 30 %p, tal como se mide según el método de sedimentación. Por ejemplo, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un contenido de partículas < 0,2 μm en el intervalo del 10 al 25 %p, tal como se mide según el método de sedimentación.

Preferiblemente, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un diámetro mediano en peso d_{98} de 0,3 a 3,0 μm , más preferiblemente de 0,5 a 2,0 μm , y lo más preferiblemente de 0,5 a 1,5 μm , tal como se mide según el método de sedimentación.

50 Por lo tanto, el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa b) tiene un área de superficie específica BET de 4,0 a 15,0 m^2/g , medida mediante la adsorción de gas nitrógeno con el uso de la isoterma BET (ISO 9277:2010).

55 Se prefiere que la etapa de molienda en húmedo b) se lleve a cabo sin agentes dispersantes. Por tanto, la suspensión acuosa obtenida en la etapa de molienda en húmedo b) preferiblemente está exenta de agentes dispersantes.

La etapa de molienda en húmedo b) se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura inicial que es aproximadamente la temperatura ambiente, o a temperatura elevada. Para los fines del proceso según la presente invención, una temperatura que oscila de 15 °C a 85 °C es especialmente adecuada como temperatura inicial.

5 Según otra realización, la temperatura inicial en la etapa de molienda en húmedo b) oscila de 15 °C a 60 °C, preferiblemente de 20 °C a 50 °C, y lo más preferiblemente de 20 °C a 40 °C.

Durante la etapa de molienda en húmedo b) se permite que la temperatura se eleve por encima de la temperatura inicial de la etapa b) del proceso. Por ejemplo, la temperatura en la etapa de molienda en húmedo b) se puede elevar hasta una temperatura de hasta 100 °C.

Etapa c): Desaguar la suspensión acuosa

10 Según la etapa c) del presente proceso, la suspensión acuosa obtenida en la etapa b) se desagua en una prensa de tubos para obtener una torta de filtración que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 40,0 al 88,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración.

15 Un requisito específico del presente proceso es que la suspensión acuosa obtenida en la etapa b) del proceso se someta a una eliminación mecánica de agua en la etapa c) del proceso en una prensa de tubos para obtener una torta de filtración que tenga un contenido de sólidos en el intervalo del 40,0 al 88,0% en peso, respecto del peso total de la torta de filtración.

La eliminación mecánica de agua de la etapa c) del proceso se lleva a cabo en una prensa de tubos.

20 Una prensa de tubos es una prensa con filtros de tipo membrana, y es capaz de funcionar a presiones elevadas de filtración de hasta 150,0 bares. Preferiblemente, la etapa de desagüe c) se lleva a cabo a presión, aún más preferiblemente a una presión de 20,0 bares a 140,0 bares, más preferiblemente de 65,0 bares a 120,0 bares, y lo más preferiblemente de 80,0 a 110,0 bares.

25 El uso de estas presiones elevadas posibilita un grado superior de separación de las fases líquida y sólida. El principio de operación de una prensa de tubos es el siguiente: La filtración tiene lugar entre dos cilindros concéntricos. El cilindro externo es la cubierta, y el interno, la vela. Se bombea la suspensión del proceso en el espacio anular entre el medio de filtración y la membrana. Después se bombea fluido hidráulico, normalmente agua, entre la membrana y la cubierta, lo que ejerce presión sobre la suspensión y provoca que tenga lugar la filtración. Cuando se completa la filtración, se extrae el fluido hidráulico de la unidad de tubos mediante vacío hasta que la membrana se dilata contra la cubierta. Después se baja la vela hasta la posición de descarga y se inyecta un chorro de aire entre la vela y el medio de filtración. Esto provoca la expansión de la tela filtrante fracturando la torta, que se descarga por gravedad. Cuando se completa el proceso, la vela se cierra hasta la posición de llenado de suspensión para repetir el ciclo.

35 La temperatura inicial de la eliminación mecánica de agua de la etapa c) del proceso está preferiblemente en el intervalo de 15 a 99 °C, preferiblemente a una temperatura inicial en el intervalo de 20 a 70 °C, y más preferiblemente a una temperatura inicial en el intervalo de 30 a 60 °C. Por ejemplo, la temperatura inicial de la eliminación mecánica de agua de la etapa c) del proceso es de alrededor de 50 °C.

La temperatura durante la eliminación mecánica de agua de la etapa c) del proceso está preferiblemente en el intervalo de 15 a 99 °C, preferiblemente en el intervalo de 20 a 70 °C, y más preferiblemente en el intervalo de 30 a 60 °C. Por ejemplo, la temperatura durante la eliminación mecánica de agua de la etapa c) del proceso es de alrededor de 50 °C.

40 Un requisito de la presente invención es que la etapa de desagüe c) se lleve a cabo de manera que se obtenga una torta de filtración que comprende el al menos un material que comprende carbonato de calcio. La torta de filtración tiene por tanto un contenido de sólidos del 40,0 %p al 88,0 %p, preferiblemente del 45,0 %p al 88,0 %p, y lo más preferiblemente del 45,0 %p al 85,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración.

45 Se prefiere que la etapa de desagüe c) se lleve a cabo sin agentes dispersantes. Por tanto, la torta de filtración que comprende el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenida en la etapa de desagüe c) está preferiblemente exenta de agentes dispersantes.

El proceso según la presente invención puede comprender además una etapa de secado f) opcional. En dicha etapa de secado, la torta de filtración obtenida en la etapa de desagüe c) se seca para obtener una torta de filtración secada.

50 Por tanto, el proceso puede comprender además una etapa de secado f) de la torta de filtración obtenida en la etapa c) mediante un método térmico para obtener una torta de filtración que tiene un contenido de sólidos que está por encima del contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa c).

Preferiblemente, la etapa de secado f) se lleva a cabo antes o durante la etapa de desaglomeración d). Más preferiblemente, la etapa de secado f) se lleva a cabo durante la etapa de desaglomeración d).

En general, la etapa de secado f) según la presente invención se puede llevar a cabo mediante cualquier método de secado térmico conocido por el experto para secar materiales en el intervalo del 45,0 al 99,0 %p, respecto del peso total del material.

5 Por tanto, el contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa de secado f) está en el intervalo del 45,0 al 99,0 %p, y preferiblemente en el intervalo del 60,0 al 90,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración.

Si el proceso comprende una etapa de secado f), se aprecia que la etapa de secado se lleva a cabo de manera que la torta de filtración obtenida tenga un contenido de sólidos que está por encima del contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa de desagüe c).

10 Según una realización, la etapa de secado se lleva a cabo en un molino celular, tal como conoce el experto. Preferiblemente, dicha etapa de secado se lleva a cabo a una temperatura que oscila entre 50 y 150 °C, preferiblemente de 60 a 130 °C, y lo más preferiblemente de 80 a 125 °C.

Etapa d): Desaglomerar la torta de filtración

15 Según la etapa d) del presente proceso, la torta de filtración obtenida en la etapa c) se desaglomera en un molino celular, en el que la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 a 1,0 μm .

El término "desaglomerar", en el sentido de la presente invención, se refiere a la ruptura de aglomerados que se pueden haber formado durante la etapa de desagüe y/o la etapa de secado opcional.

20 Es necesario, por tanto, que la etapa de desaglomeración d) se lleve a cabo después de la etapa de desagüe c). Si el proceso comprende una etapa de secado después de la etapa de desagüe c), la etapa de desaglomeración d) se puede llevar a cabo después de la etapa de secado o durante la etapa de secado. Preferiblemente, la etapa de desaglomeración d) se lleva a cabo durante la etapa de secado.

Según la presente invención, la etapa de desaglomeración d) se lleva a cabo en un molino celular, como conoce el experto. Preferiblemente, dicha etapa de desaglomeración d) se lleva a cabo a una temperatura que oscila entre 50 y 150 °C, preferiblemente de 60 a 130 °C, y lo más preferiblemente de 80 a 125 °C.

25 La torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 a 1,0 μm .

En una realización, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso d_{50} de 0,2 a 0,8 μm , preferiblemente de 0,3 a 0,8 μm , y más preferiblemente de 0,4 a 0,7 μm , tal como se mide mediante el método de sedimentación.

30 De manera adicional o alternativa, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un contenido de partículas $< 2 \mu\text{m}$ de $> 70 \%$ p, preferiblemente $> 80 \%$ p, y más preferiblemente $> 90 \%$ p, tal como se mide según el método de sedimentación. Por ejemplo, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un contenido de partículas $< 2 \mu\text{m}$ de $> 95 \%$ p, tal como se mide según el
35 método de sedimentación.

De manera adicional o alternativa, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un contenido de partículas $< 1 \mu\text{m}$ de $> 60 \%$ p, preferiblemente $> 70 \%$ p, y más preferiblemente $> 80 \%$ p, tal como se mide según el método de sedimentación. Por ejemplo, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que
40 comprende carbonato de calcio que tiene un contenido de partículas $< 1 \mu\text{m}$ de $> 85 \%$ p, tal como se mide según el método de sedimentación.

Preferiblemente, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso d_{98} de 0,3 a 4,0 μm , más preferiblemente de 0,5 a 3,0 μm , y lo más preferiblemente de 1,0 a 3,0 μm , tal como se mide según el método de
45 sedimentación.

Por lo tanto, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un área de superficie específica BET de 4,0 a 15,0 m^2/g , medida mediante la adsorción de gas nitrógeno con el uso de la isoterma BET (ISO 9277:2010).

50 Se prefiere que la etapa de desaglomeración d) se lleve a cabo sin agentes dispersantes. Por tanto, la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) preferiblemente está exenta de agentes dispersantes.

Etapa e): Dispersar la torta de filtración

Según la etapa e) del presente proceso, se añade al menos un agente dispersante a la torta de filtración

desaglomerada obtenida en la etapa d), y la torta de filtración y el al menos un agente dispersante se mezclan para obtener una suspensión acuosa que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 70,0 al 80,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

5 La expresión "al menos un" agente dispersante o dispersante significa que se pueden añadir uno o más tipos de agentes dispersantes a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d).

Según una realización de la presente invención, se añade solamente un tipo de agente dispersante a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d). Según otra realización de la presente invención, se añaden dos o más tipos de agentes dispersantes a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d). Por ejemplo, se añaden dos o tres tipos de agentes dispersantes a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d).
10 Preferiblemente, se añaden dos tipos de agentes dispersantes a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d). De manera alternativa, se añade solamente un tipo de agente dispersante a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d).

En una realización de la presente invención, el al menos un agente dispersante se añade exclusivamente durante la etapa e).

15 De manera alternativa, se puede añadir un agente dispersante adicional después de la etapa e).

Es decir, el presente proceso se caracteriza por que se lleva a cabo sin ningún agente dispersante durante las etapas a), b), c) y d) del proceso.

El al menos un agente dispersante se añade preferiblemente a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d) en una cantidad que oscila del 0,001 %p al 5,0 %p, preferiblemente del 0,001 %p al 2,0 %p, y lo más preferiblemente del 0,05 %p al 1,5 %p, por ejemplo del 0,9 %p al 1,1 %p, respecto del peso seco total del material que comprende carbonato de calcio.
20

Se pueden usar los agentes dispersantes convencionales conocidos para el experto. Según otra realización, el al menos un agente dispersante se selecciona del grupo que consiste en sales de sodio, potasio, calcio, magnesio, litio, estroncio, amina primaria, amina secundaria, amina terciaria y/o sales de amonio, según lo cual las sales de amina son lineales o cíclicas, homopolímeros o copolímeros al menos parcialmente neutralizados de ácido (met)acrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico y los derivados de estos ácidos, preferiblemente ésteres o amidas tales como metacrilato de metilo, acrilato de metilo, acrilamida, fosfato sódico dibásico o polifosfatos tales como polifosfatos alcalinos, carboximetilcelulosa, dispersantes estéricos, polímeros de tipo peine y/o sus mezclas, preferiblemente poliacrilato sódico que tiene un peso molecular P_M de 4000 a 10000 g/mol, preferiblemente de 4000 a 8000 g/mol y lo más preferiblemente de aproximadamente 6000 g/mol.
25
30

Por ejemplo, la etapa de dispersión e) se lleva a cabo mezclando la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d) y el al menos un agente dispersante en agua.

Se puede conseguir una mezcla suficiente agitando la mezcla de la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d) y el al menos un agente dispersante o mediante agitación, lo que puede proporcionar una mezcla más completa. En una realización de la presente invención, la mezcla se lleva a cabo con agitación para asegurar una mezcla completa de la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d) y el al menos un agente dispersante. Tal agitación se puede llevar a cabo de manera continua o discontinua. El experto adaptará las condiciones de mezcla, tales como la velocidad de mezcla y la temperatura según su equipo de proceso.
35

La mezcla se puede llevar a cabo a temperatura ambiente, es decir, a $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, o a otras temperaturas. Según una realización, la mezcla se lleva a cabo a una temperatura de 5 a 140 °C, preferiblemente de 10 a 110 °C, y lo más preferiblemente de 20 a 95 °C. El calor se puede introducir mediante cizallamiento interno o mediante una fuente externa, o una combinación de los mismos.
40

La mezcla de la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d) y el al menos un agente dispersante para obtener una suspensión acuosa que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 70,0 al 80,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa, se puede llevar a cabo mediante el uso de cualquier medio adecuado, y se lleva a cabo preferiblemente mediante el uso de un dispersador de elevado cizallamiento.
45

Se obtiene una suspensión acuosa que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 70,0 al 80,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa, en la etapa de dispersión e).

Según una realización, el contenido de sólidos de la suspensión acuosa obtenida en la etapa de dispersión e) es preferiblemente de entre un 70,0 y 75,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.
50

En una realización de la presente invención, la viscosidad Brookfield de la suspensión acuosa obtenida en la etapa de dispersión e) está en el intervalo de 100 a 600 mPa·s, preferiblemente de 150 a 550 mPa·s, más preferiblemente de 200 a 500 mPa·s, incluso más preferiblemente de 250 a 450 mPa·s, y lo más preferiblemente de 300 a 400 mPa·s.

- Se debe indicar que el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un diámetro mediano en peso d_{50} de $< 0,4 \mu\text{m}$, tal como se mide según el método de sedimentación. En una realización, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un diámetro mediano en peso d_{50} de $0,05$ a $< 0,4 \mu\text{m}$, preferiblemente de $0,1$ a $< 0,4 \mu\text{m}$, más preferiblemente de $0,2$ a $< 0,4 \mu\text{m}$, y lo más preferiblemente de $0,3$ a $< 0,4 \mu\text{m}$, tal como se mide mediante el método de sedimentación.
- De manera adicional o alternativa, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un contenido de partículas $< 5 \mu\text{m}$ de $> 80 \%$ p, preferiblemente $> 90 \%$ p, y más preferiblemente $> 95 \%$ p, tal como se mide mediante el método de sedimentación. Por ejemplo, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un contenido de partículas $< 5 \mu\text{m}$ de $> 98 \%$ p, tal como se mide mediante el método de sedimentación.
- En una realización, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un contenido de partículas $< 2 \mu\text{m}$ de $> 80 \%$ p, preferiblemente $> 90 \%$ p, y más preferiblemente $> 94 \%$ p, tal como se mide mediante el método de sedimentación. Por ejemplo, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un contenido de partículas $< 2 \mu\text{m}$ de $> 95 \%$ p, tal como se mide mediante el método de sedimentación.
- De manera adicional o alternativa, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un contenido de partículas $< 1 \mu\text{m}$ de $> 70 \%$ p, y preferiblemente $> 80 \%$ p, tal como se mide mediante el método de sedimentación. Por ejemplo, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un contenido de partículas $< 1 \mu\text{m}$ de $> 85 \%$ p, tal como se mide mediante el método de sedimentación.
- En una realización, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un contenido de partículas $< 0,2 \mu\text{m}$ de $< 50 \%$ p, preferiblemente $< 40 \%$ p, y más preferiblemente $< 30 \%$ p, tal como se mide según el método de sedimentación. Por ejemplo, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un contenido de partículas $< 0,2 \mu\text{m}$ en el intervalo del 10 al 25% p, tal como se mide según el método de sedimentación.
- De manera adicional o alternativa, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un diámetro mediano en peso d_{98} de $0,3$ a $5,0 \mu\text{m}$, más preferiblemente de $0,5$ a $4,5 \mu\text{m}$, y lo más preferiblemente de $1,0$ a $4,0 \mu\text{m}$, tal como se mide según el método de sedimentación.
- Por lo tanto, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un área de superficie BET en el intervalo de $8,0$ a $30,0 \text{ m}^2/\text{g}$, preferiblemente $10,0$ a $25,0 \text{ m}^2/\text{g}$, y más preferiblemente $11,0$ a $20,0 \text{ m}^2/\text{g}$, medido mediante la adsorción de gas nitrógeno mediante el uso de la isoterma BET (ISO 9277:2010).
- De manera adicional o alternativa, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene propiedades ópticas excelentes. Por ejemplo, el material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa e) tiene un coeficiente de dispersión de la luz $> 175 \text{ m}^2/\text{kg}$, preferiblemente $> 190 \text{ m}^2/\text{kg}$, más preferiblemente $> 200 \text{ m}^2/\text{kg}$, incluso más preferiblemente $> 210 \text{ m}^2/\text{kg}$, y lo más preferiblemente $> 220 \text{ m}^2/\text{kg}$.
- En una realización de la presente invención, el proceso comprende además la etapa g) de tratar el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa d) o f) con al menos un agente de hidrofobicidad, preferiblemente un ácido carboxílico alifático que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C4 a C24 y/o al menos un anhídrido succínico mono-sustituido que consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de un grupo lineal, ramificado, alifático y cíclico que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30 en el sustituyente y/o una mezcla de éster de ácido fosfórico de uno o más monoéster de ácido fosfórico y uno o más diéster fosfórico, para obtener una suspensión acuosa que comprende un material que comprende carbonato de calcio que comprende en al menos una parte del área de superficie accesible una capa de tratamiento que comprende el agente de hidrofobicidad.
- Si el presente proceso comprende la etapa g), se aprecia que la etapa g) se puede llevar a cabo antes o después de la etapa d).
- Se debe indicar que la etapa g) es independiente de la etapa f). En otras palabras, el proceso puede comprender la etapa f) o g). De manera alternativa, el proceso puede comprender la etapa f) y g).
- Si el presente proceso comprende las etapas f) y g), se aprecia que la etapa f) se puede llevar a cabo antes o después de la etapa de desaglomeración d). En caso de que la etapa f) se lleve a cabo antes de la etapa de desaglomeración d), la etapa g) se lleva a cabo antes o después de la etapa de desaglomeración d). En caso de que la etapa f) se lleve a cabo durante la etapa de desaglomeración d), la etapa g) se lleva a cabo después de la etapa de desaglomeración d).
- El agente de hidrofobicidad usado en la etapa g) de tratamiento puede ser cualquier agente conocido para el experto que sea capaz de formar una capa de tratamiento hidrófoba sobre al menos una parte del área de superficie accesible de las partículas del material que comprende carbonato de calcio.
- La etapa g) del proceso de tratamiento del al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la

etapa d) o f) con al menos un anhídrido succínico mono-sustituido y/o con al menos una mezcla de éster de ácido fosfórico y compuestos adecuados para el recubrimiento se describen en los documentos EP 2 722 368 A1 y EP 2 770 017 A1, que se incorporan, por tanto, en la presente memoria como referencias.

5 Los ácidos carboxílicos alifáticos adecuados para el tratamiento del al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa d) o f) son, por ejemplo, ácidos carboxílicos lineales o ramificados alifáticos que tienen entre 4 y 24 átomos de carbono.

10 El ácido carboxílico lineal o ramificado alifático, en el sentido de la presente invención, se puede seleccionar de uno o más ácidos carboxílicos de cadena lineal, de cadena ramificada, saturados, insaturados y/o alicíclicos. Preferiblemente, el ácido carboxílico lineal o ramificado alifático es un ácido monocarboxílico, es decir, el ácido carboxílico lineal o ramificado alifático se caracteriza por que hay presente un único grupo carboxilo. Dicho grupo carboxilo está localizado al final del esqueleto de carbono.

15 En una realización de la presente invención, el ácido carboxílico lineal o ramificado alifático se selecciona de ácidos carboxílicos sin ramificar saturados, es decir, el ácido carboxílico lineal o ramificado alifático se selecciona preferiblemente del grupo de ácidos carboxílicos que consisten en ácido butanoico, ácido pentanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido láurico, ácido tridecanoico, ácido mirístico, ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido heptadecanoico, ácido esteárico, ácido nonadecanoico, ácido araquídico, ácido heneicosanoico, ácido behénico, ácido tricosanoico, ácido lignocérico, y mezclas de los mismos.

20 En otra realización de la presente invención, el ácido carboxílico lineal o ramificado alifático se selecciona del grupo que consiste en ácido octanoico, ácido decanoico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico, y mezclas de los mismos. Preferiblemente, el ácido carboxílico lineal o ramificado alifático se selecciona del grupo que consiste en ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, y mezclas de los mismos.

Por ejemplo, el ácido carboxílico lineal o ramificado alifático es ácido esteárico.

25 Los inventores descubrieron sorprendentemente que según el proceso de la presente invención se puede obtener un material que comprende carbonato de calcio que tiene estructuras de revestimiento de elevado brillo, elevada dispersión de luz y sumamente absorbentes.

En particular, el material que comprende carbonato de calcio que se puede obtener mediante el proceso inventivo tiene

- 30
- i) un área de superficie BET en el intervalo de 8,0 a 30,0 m²/g, preferiblemente 10,0 a 25,0 m²/g, y más preferiblemente 11,0 a 20,0 m²/g, y/o
 - ii) un contenido de partículas < 1 μm de > 70 %p, preferiblemente > 80 %p, y más preferiblemente > 85 %p, y/o
 - iii) una viscosidad Brookfield en el intervalo de 100 a 600 mPa·s, y/o
 - 35 iv) un coeficiente de dispersión de la luz > 175 m²/kg, preferiblemente > 190 m²/kg, más preferiblemente > 200 m²/kg, incluso más preferiblemente > 210 m²/kg, y lo más preferiblemente > 220 m²/kg.

Por ejemplo, el material que comprende carbonato de calcio que se puede obtener mediante el proceso inventivo tiene

- 40
- i) un área de superficie BET en el intervalo de 8,0 a 30,0 m²/g, preferiblemente 10,0 a 25,0 m²/g, y más preferiblemente 11,0 a 20,0 m²/g, o
 - ii) un contenido de partículas < 1 μm de > 70 %p, preferiblemente > 80 %p, y más preferiblemente > 85 %p, o
 - iii) una viscosidad Brookfield en el intervalo de 100 a 600 mPa·s, o
 - 45 iv) un coeficiente de dispersión de la luz > 175 m²/kg, preferiblemente > 190 m²/kg, más preferiblemente > 200 m²/kg, incluso más preferiblemente > 210 m²/kg, y lo más preferiblemente > 220 m²/kg.

45 De manera alternativa, el material que comprende carbonato de calcio que se puede obtener mediante el proceso inventivo tiene

- 50
- i) un área de superficie BET en el intervalo de 8,0 a 30,0 m²/g, preferiblemente 10,0 a 25,0 m²/g, y más preferiblemente 11,0 a 20,0 m²/g, y
 - ii) un contenido de partículas < 1 μm de > 70 %p, preferiblemente > 80 %p, y más preferiblemente > 85 %p, y

- iii) una viscosidad Brookfield en el intervalo de 100 a 600 mPa·s, y
- iv) un coeficiente de dispersión de la luz $> 175 \text{ m}^2/\text{kg}$, preferiblemente $> 190 \text{ m}^2/\text{kg}$, más preferiblemente $> 200 \text{ m}^2/\text{kg}$, incluso más preferiblemente $> 210 \text{ m}^2/\text{kg}$, y lo más preferiblemente $> 220 \text{ m}^2/\text{kg}$.

5 El material que comprende carbonato de calcio descrito en la presente memoria se puede usar como relleno de papel y en aplicaciones de revestimiento de papel, aplicaciones de papel de cigarrillos, para aplicaciones de plásticos o en pinturas, revestimientos, adhesivos, selladores, sustitución de dióxido de titanio, preferiblemente en pinturas, alimentos, forrajes, productos farmacéuticos, hormigón, cemento, productos cosméticos, tratamiento de aguas y/o aplicaciones en agricultura.

10 Como material que comprende carbonato de calcio tiene un área de superficie específica BET baja, su uso puede resultar ventajoso en revestimientos de papel para ajustar las propiedades de impresión y ópticas de un papel revestido. Además, el material que comprende carbonato de calcio también se puede usar en pinturas, lo que puede conducir a propiedades ópticas mejoradas de las superficies que se tratan con tales pinturas.

15 El uso del material que comprende carbonato de calcio descrito en la presente memoria como material de relleno en aplicaciones de plásticos también puede ser una ventaja particular. Por ejemplo, dicho material que comprende carbonato de calcio se puede usar en polímeros termoplásticos, tales como poli(cloruro de vinilo), poliolefinas y poliestireno.

Las siguientes figuras, ejemplos y ensayos ilustrarán la presente invención, pero no pretenden limitar la invención de ninguna manera.

Sección Experimental

20 1. Métodos de medida

A continuación se describen los métodos de medida implementados en los ejemplos.

Distribución de tamaños de partículas (% en masa de partículas con un diámetro $< X$) y diámetro mediano en peso (d_{50}) de un material particulado

Sedigraph

25 Se determinó el diámetro de grano en peso y la distribución en masa del diámetro de grano de un material particulado por medio del método de sedimentación, es decir, un análisis del comportamiento de sedimentación en un campo gravitatorio. La medida se hizo con un aparato Sedigraph™ 5120 o Sedigraph™ 5100 de Micromeritics Instrument Corporation.

30 El experto conoce el método y el instrumento, y se usan habitualmente para determinar el tamaño de grano de rellenos y pigmentos. La medida se lleva a cabo en una disolución acuosa del 0,1 %p de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras se dispersan mediante el uso de un agitador de alta velocidad y supersónico.

Difracción láser

35 Se determinó la distribución de tamaños de partículas mediante el uso de un analizador de tamaños de partículas Helos (Laser Diffraction System, suministrado por Sympatec GmbH, Alemania) que usa la aproximación de dispersión de luz de Fraunhofer. El experto conoce el método y el instrumento, y se usan habitualmente para determinar los tamaños de partículas de los rellenos y de otros materiales particulados. Se usó la siguiente configuración para la toma de muestras basadas en agua, en la que la muestra se transportó con agua proporcionada desde la alimentación de agua (1a) de la fuente (5) al analizador (6). Se conecta una tubería de transporte de acero inoxidable de 12 mm de diámetro a 8 tuberías de proceso (3) a través de 8 válvulas (4a) (véase la Figura 1). Para hacer entrar la muestra en la tubería de transporte se abre una de las válvulas (4a) durante 3 segundos, lo que libera 0,5 L de la muestra en la tubería de transporte. La muestra se transporta al analizador (6) mediante el uso de agua como medio de transporte suministrado mediante una bomba especializada (caudal = 7,15 l/min) y se abre una válvula (4b) durante 1 segundo cuando la muestra ha alcanzado el analizador (6). Después, el analizador (6) diluye la muestra hasta un 25% de transmisión óptica y se lleva a cabo la medida. El método posibilita la multiplexación, es decir, la toma de muestras de diversas fuentes (5). Se proporciona agua desde una segunda alimentación de agua (1b) para limpiar la última etapa de la tubería de transporte (2), y se puede mejorar el efecto de limpieza proporcionando agua caliente desde la segunda alimentación de agua (1b). El transporte de la muestra sin agua puede requerir que una tubería transporte la muestra de vuelta al proceso. Debido a que el transporte con agua requiere una pequeña muestra, podría ser aceptable no tener una tubería de vuelta al proceso, sino colocar la muestra en el drenaje (7) después de la medida. La toma de muestras basada en agua reduce el riesgo de taponamiento y limpieza insuficiente en comparación con el bombeo del producto a la misma distancia.

Área de superficie específica BET de un material

A lo largo del presente documento, se determinó el área de superficie específica (en m²/g) de un material particulado mediante el uso del método BET (con el uso de nitrógeno como gas adsorbente), que el experto conoce bien (ISO 9277:1995). Después se obtiene el área de superficie total (en m²) del material particulado multiplicando el área de superficie específica y la masa (en g) del material particulado. El experto conoce el método y el instrumento, y se usan habitualmente para determinar la superficie específica de materiales particulados.

Medida del pH de la suspensión

El pH de una suspensión se mide a 25 °C mediante el uso de un pH-metro Mettler Toledo Seven Easy y un electrodo de pH Mettler Toledo InLab® Expert Pro. Primero se hace una calibración de tres puntos (según el método del segmento) del instrumento mediante el uso de disoluciones tampón disponibles comercialmente que tienen valores de pH de 4, 7 y 10 a 20 °C (de Aldrich). Los valores de pH informados son los valores finales detectados por el instrumento (el valor final es cuando la señal medida difiere en menos de 0,1 mV de la media a lo largo de los últimos 6 segundos).

Viscosidad Brookfield

Para los fines de la presente invención, el término "viscosidad" o "viscosidad Brookfield" se refiere a la viscosidad Brookfield. La viscosidad Brookfield, para este fin, se mide mediante un viscosímetro Brookfield (Tipo RVT) a 25 °C ± 1 °C a 100 rpm con el uso de un husillo apropiado del conjunto de husillos RV Brookfield, y se especifica en mPa·s. Basándose en su conocimiento técnico, el experto seleccionará un husillo del conjunto de husillos RV Brookfield que sea adecuado para el intervalo de viscosidades que se va a medir. Por ejemplo, para un intervalo de viscosidades de 200 a 800 mPa·s se puede usar el husillo número 3, para un intervalo de viscosidades de 400 a 1600 mPa·s se puede usar el husillo número 4, y para un intervalo de viscosidades de 800 a 3200 mPa·s se puede usar el husillo número 5.

Contenido de sólidos

Analizador de Humedad

Se determinó el contenido de sólidos (también conocido como "peso seco") mediante el uso de un analizador de humedad HR73 de la compañía Mettler-Toledo, Suiza, con los siguientes ajustes: temperatura de 120 °C, apagado automático 3, secado estándar, 5 a 20 g de producto.

Medida de la turbidez

Además, se determinó el contenido de sólidos mediante el uso de un turbidímetro (turbidímetro relativo ITM-3, NEGELE MESSTECHNIK GMBH, Alemania). Debido a que el turbidímetro es un instrumento muy sensible, se toma un valor medio de 5 segundos. El turbidímetro se calibró antes de cada ensayo. Se llevó a cabo la calibración llenando primero un tanque experimental con 4 litros de agua y midiendo la turbidez. Después se drenó el tanque y se llenó con 4 litros de una muestra de producto, y cada muestra se agitó antes de la medida para asegurarse de que la muestra fuera homogénea antes de anotar el valor de turbidez. Se añadió agua por etapas de 1 litro para medir la turbidez a 20 contenidos de sólidos diferentes conocidos. Se calculó el contenido de sólidos mediante el uso de una curva de calibración que proporcionó la relación entre el contenido de sólidos y la turbidez. Este método permite una medida más exacta del contenido de sólidos, y reduce significativamente el coste de una medida. Los mejores resultados se consiguen a bajas concentraciones (<15 %p de contenido de sólidos), y se recomienda no usar el método de turbidez para contenidos de sólidos > 17 %p. El método es muy adecuado para la determinación en línea del contenido de sólidos.

Blancura de pigmentos, dispersión de luz y CIELAB

Blancura del pigmento R457 mediante dispersión de luz

Se midió la blancura del pigmento R457 mediante el uso de un aparato ELREPHO 3000 de la compañía Datacolor según la norma ISO 2469:1994 (DIN 53145-2:2000 y DIN 53146:2000). Se midieron las coordenadas CIELAB L*, a*, b* mediante el uso de un aparato ELREPHO 3000 de la compañía Datacolor según la norma EN ISO 11664-4 y sulfato de bario como patrón.

Blancura del pigmento R457 mediante medida de la turbidez

Además, se determinó la blancura del pigmento R457 mediante el uso de un turbidímetro (turbidímetro relativo ITM-3, NEGELE MESSTECHNIK GMBH, Alemania). Debido a que el turbidímetro es un instrumento muy sensible, se toma un valor medio de 5 segundos. El turbidímetro se calibró antes de cada ensayo. La calibración se llevó a cabo llenando un tanque experimental con una mezcla de muestras de productos con diferentes blancuras de pigmento R457 en diferentes proporciones. La proporción se cambió por etapas para medir la turbidez a 10 blancuras de pigmento R457 diferentes conocidas. Se calculó la blancura del pigmento R457 mediante el uso de una curva de calibración que proporcionó la relación entre la blancura del pigmento R457 y la turbidez. Este método reduce significativamente el coste de una medida. Los mejores resultados se consiguen con un elevado contenido de

sólidos (>30 %p de contenido de sólidos), y se recomienda no usar el método de turbidez para contenidos de sólidos < 25 %p. El método es muy adecuado para la determinación en línea de la blancura del pigmento R457.

Coeficiente de dispersión de la luz

- 5 Se midió el coeficiente de dispersión de la luz "S" preparando un color de revestimiento de papel mediante el uso de 10 partes (en seco) de Acronal™ S 360 D, BASF, un aglutinante de revestimiento de papel, y 90 partes (en seco) de la suspensión de carbonato de calcio, y se revistió sobre un soporte de plástico (Synteape, Argo Wiggins) en un intervalo de diferentes pesos de revestimiento mediante el uso de un aplicador de revestimientos de laboratorio Typ modelo 624 de Ericksen, 58675 Hemer, Alemania. Todos los colores de revestimiento tuvieron, si no se informó de otra manera, un contenido de sólidos del 45,0 %p.
- 10 Se mide el coeficiente de dispersión de la luz S según el método descrito en el documento US 2004/0250970, en el que la capacidad de dispersión de la luz se expresa mediante el coeficiente de dispersión de la luz de Kubelka-Munk, determinado mediante el método, muy conocido para los expertos, descrito en las publicaciones de Kubelka y Munk (Zeitschrift für Technische Physik 12, 539 (1931)), y de Kubelka (J. Optical Soc. Am. 38 (5), 448 (1948) y J. Optical Soc. Am. 44 (4), 330 (1954)) y el documento US 5.558.850. El coeficiente de dispersión de la luz S se indica como el valor interpolado a 20 g/m².
- 15

Índice de Amarilleamiento

El índice de amarilleamiento (= YI) se ha calculado mediante la siguiente fórmula:

$$YI=100*(R_x-R_z)/R_y$$

Aglomerados

- 20 Se ha determinado el contenido de aglomerados según la norma ISO 3310.

2. Ejemplos

Se han usado los siguientes materiales de partida para los ejemplos:

Se empleó un CaCO₃ natural de Noruega que tenía una finura que correspondió a un valor d₅₀ de 42 a 48 µm como material de pigmento mineral.

- 25 Los detalles de los agentes dispersantes usados se resumen en la Tabla 1 siguiente.

Tabla 1: Agentes dispersantes.

Compuesto	Descripción química
Agente dispersante 1	Mezcla de un dispersante de poliacrilato neutralizado con sodio (P _M = 12000 g/mol) y ácido fosfórico; proporción en peso = 70:30
Agente dispersante 2	100% de copolímero neutralizado con sodio de ácido acrílico y ácido maleico (P _M = 15000 g/mol)

Fabricación de una suspensión que comprende carbonato de calcio (= Suspensión 1)

- 30 Se obtuvo la Suspensión 1 mediante molienda en húmedo de una suspensión acuosa de mármol (d₅₀ = 1,0 µm) que tenía un contenido de sólidos del 35,0 %p respecto del peso total de la suspensión y sin la adición de un agente dispersante. La suspensión se molió en húmedo en un molino de bolas vertical hasta la distribución final de tamaños de partículas descrita en la Tabla 2. La Suspensión 1 obtenida tuvo un contenido de sólidos del 13,5 %p, respecto del peso total de la suspensión después de la molienda en húmedo.

Tabla 2: Propiedades de la Suspensión 1.

Parámetro	Valor
Contenido de sólidos [%p] ^a	13,5
Contenido de sólidos [%p] ^b	13,5
Viscosidad Brookfield [mPas]	375
PSD	Sedigraph

< 5 μm [%p]	100
< 2 μm [%p]	100
< 1 μm [%p]	100
< 0,2 μm [%p]	16
d_{50} [μm]	0,36
d_{98} [μm]	0,83

a) Determinado mediante análisis de la humedad,

b) Determinado mediante medida de la turbidez (102,3 UT analizado), véase la curva de calibración en la Figura 2.

Ejemplo Comparativo 1 (=CE1)

- 5 Se añadieron 11000 ppm de agente dispersante 1 a la Suspensión 1, y se evaporó la suspensión a 100 °C para obtener un contenido de sólidos del 60 %p. Las propiedades de la suspensión final se muestran en la Tabla 4 a continuación.

Ejemplo Inventivo 1 (=IE1)

- 10 Se eliminó el agua de la Suspensión 1 mediante el uso de un filtro de prensa de tubos vertical (Metso Corporation, Finlandia) que funcionó a 95 bares y a una temperatura de 50 °C. La presión se alcanza mediante un sistema hidráulico. El contenido de sólidos de la torta de filtración resultante fue del 76 %p. La torta de filtración obtenida se secó adicionalmente, y se desaglomeró por medio de un molino celular (Jäkering, Alemania) para obtener un polvo que tuvo un contenido de sólidos del 78 %p. El molino celular se hizo funcionar a una velocidad de alimentación de 200 kg de torta de filtración / h. La velocidad del molino celular se ajustó a 2100 rpm, la velocidad del clasificador fue de 1400 rpm, y la temperatura del proceso fue de 120 °C. El circuito de aire se hizo funcionar a 3000 m³/h. Las propiedades del polvo obtenido se resumen en la Tabla 3 a continuación. Se redispersó el polvo a un contenido de sólidos del 72 %p mediante el uso de 10000 ppm de agente dispersante 2. Las propiedades de la suspensión final se muestran en la Tabla 4 a continuación.

Tabla 3: Propiedades del polvo de carbonato de calcio.

Parámetro	Valor
Contenido de sólidos [%p]	78,0
PSD	
< 2 μm [%p]	97,9
< 1 μm [%p]	86,2
d_{50} [μm]	0,57
d_{98} [μm]	2,0
Área específica (BET) [m ² /g]	10,36
Brillo	
R_x [%]	95,4
R_y [%]	95,2
R_z [%]	94,2
R457 TAPPI [%]	94,2
CIELAB L*	98,1
CIELAB a*	-0,1
CIELAB b*	0,7

Índice de Amarilleamiento	1,3
---------------------------	-----

Tabla 4: Propiedades de suspensiones de carbonato de calcio.

Parámetro	Valor	Valor	Valor	Valor
	CE1	IE1	CE1	IE1
Contenido de sólidos [%p]	60,7	72,0		
Viscosidad Brookfield [mPas]	185	333		
pH (Suspensión)	10,6	10,1		
PSD	Sedigraph	Sedigraph	Difracción láser	Difracción láser
< 5 µm [%p]	99,8	98,3		
< 2 µm [%p]	99,7	96,3	95,2	86,9
< 1 µm [%p]	98,7	88,0	74,0	62,5
< 0,2 µm [%p]	27,0	20,0		
d_{50} [µm]	0,32	0,39		
d_{98} [µm]	0,91	3,55		
Aglomerados				
Peso de la muestra [g]	130,0	200,0		
> 45 mm peso [g]	0,120	0,53460		
> 45 mm aglomerados [ppm]	12	3711		
Brillo	Dispersión de luz	Dispersión de luz	Turbidez	Turbidez
R457 TAPPI [%]	93,7	93,3	93,7	93,3
CIELAB L*	97,82	97,74		
CIELAB a*	-0,09	-0,08		
CIELAB b*	0,58	0,76		
Índice de Amarilleamiento	1,0	1,4		
Coefficiente de Dispersión [m ² /kg]	225	222		
Área específica (BET) [m ² /g]	15,7	12,1		

5 Como se puede entender a partir de la Tabla 4, la aplicación del método inventivo proporciona un producto con un coeficiente de dispersión de la luz al mismo nivel que un producto obtenido mediante un proceso que usa un método de eliminación térmica de agua. Esto es sorprendente, ya que el contenido de sólidos es con un 72 %p más del 10 %p mayor que en el ejemplo comparativo, y muestra una viscosidad similar y un consumo de dispersante similar. El tamaño de partícula del producto obtenido mediante el proceso inventivo es más grueso, y además el área superficial BET es inferior. Sin embargo, esto es aún más sorprendente, ya que las partículas más finas proporcionan valores mayores de dispersión de luz.

10

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la fabricación de un material que comprende carbonato de calcio, que comprende las etapas de
 - 5 a) proporcionar una suspensión acuosa sustancialmente exenta de dispersante de al menos un material que comprende carbonato de calcio que comprende un agente dispersante en una cantidad $\leq 0,005$ %p, respecto del peso seco total del al menos un material que comprende carbonato de calcio, en la que la suspensión acuosa tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 10,0 al 80,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa;
 - 10 b) moler en húmedo la suspensión acuosa proporcionada en la etapa a) en al menos una etapa de molienda para obtener una suspensión acuosa de al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso $d_{50} < 0,5$ μm ;
 - c) desaguar la suspensión acuosa obtenida en la etapa b) en una prensa de tubos para obtener una torta de filtración que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 40,0 al 88,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración;
 - 15 d) desaglomerar la torta de filtración obtenida en la etapa c) en un molino celular, en el que la torta de filtración obtenida en la etapa de desaglomeración d) comprende al menos un material que comprende carbonato de calcio que tiene un diámetro mediano en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 a 1,0 μm ;
 - 20 e) añadir al menos un agente dispersante a la torta de filtración desaglomerada obtenida en la etapa d) y mezclar la torta de filtración y el al menos un agente dispersante para obtener una suspensión acuosa que tiene un contenido de sólidos en el intervalo del 70,0 al 80,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.
2. El proceso según la reivindicación 1, en el que el al menos un agente dispersante se añade exclusivamente durante la etapa e).
3. El proceso según la reivindicación 1 o 2, en el que el al menos un material que comprende carbonato de calcio proporcionado en la suspensión acuosa de la etapa a) es dolomita y/o un carbonato de calcio molido natural (CCMN), tal como uno o más de mármol, piedra caliza y/o creta.
4. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el contenido de sólidos de la suspensión acuosa sustancialmente exenta de dispersante de la etapa a) está en el intervalo del 15,0 al 50,0 %p, y preferiblemente del 20,0 al 38,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.
- 30 5. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el contenido de sólidos de la suspensión acuosa obtenida en la etapa de molienda b) está en el intervalo del 5,0 al 30,0 %p, y preferiblemente del 10,0 al 20,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.
6. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la etapa de desagüe c) se lleva a cabo a presión, preferiblemente a una presión de 20,0 a 140,0 bares, más preferiblemente de 65,0 a 120,0 bares, y lo más preferiblemente de 80,0 a 110,0 bares.
- 35 7. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa de desagüe c) está en el intervalo del 45,0 al 88,0 %p, y preferiblemente en el intervalo del 45,0 al 85,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración.
8. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el proceso comprende además la etapa f) de secar la torta de filtración obtenida en la etapa c) mediante un método térmico para obtener una torta de filtración que tiene un contenido de sólidos que es superior al contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa c), y preferiblemente el secado se lleva a cabo antes o durante la etapa de desaglomeración d).
- 40 9. El proceso según la reivindicación 8, en el que el contenido de sólidos de la torta de filtración obtenida en la etapa de secado está en el intervalo del 45,0 al 99,0 %p, y preferiblemente en el intervalo del 60,0 al 90,0 %p, respecto del peso total de la torta de filtración.
- 45 10. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones 8 o 9, en el que la etapa de secado se lleva a cabo a una temperatura entre 50 y 150 °C, preferiblemente entre 60 y 130 °C, y lo más preferiblemente entre 80 y 125 °C.
11. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el al menos un agente dispersante se selecciona del grupo que consiste en sales de sodio, potasio, calcio, magnesio, litio, estroncio, amina primaria, amina secundaria, amina terciaria y/o sales de amonio, según lo cual las sales de amina son lineales o cíclicas, homopolímeros o copolímeros al menos parcialmente neutralizados de ácido (met)acrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacónico y los derivados de estos ácidos, preferiblemente ésteres o amidas tales como metacrilato de metilo, acrilato de metilo, acrilamida, fosfato sódico dibásico o polifosfatos tales como polifosfatos
- 50

alcalinos, carboximetilcelulosa, dispersantes estéricos, polímeros de tipo peine y/o sus mezclas, preferiblemente poliacrilato sódico que tiene un peso molecular P_M de 4000 a 10000 g/mol, preferiblemente de 4000 a 8000 g/mol y lo más preferiblemente de aproximadamente 6000 g/mol.

5 12. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el contenido de sólidos de la suspensión acuosa obtenida en la etapa de dispersión e) está entre un 70,0 y 75,0 %p, respecto del peso total de la suspensión acuosa.

10 13. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el proceso comprende además la etapa g) de tratar el al menos un material que comprende carbonato de calcio obtenido en la etapa d) o f) con al menos un agente de hidrofobicidad, preferiblemente un ácido carboxílico alifático que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C4 a C24 y/o al menos un anhídrido succínico mono-sustituido que consiste en anhídrido succínico mono-sustituido con un grupo seleccionado de un grupo lineal, ramificado, alifático y cíclico que tiene una cantidad total de átomos de carbono de C2 a C30 en el sustituyente y/o una mezcla de éster de ácido fosfórico de uno o más monoéster de ácido fosfórico y uno o más diéster fosfórico, para obtener una suspensión acuosa que
15 comprende un material que comprende carbonato de calcio que comprende en al menos una parte del área de superficie accesible una capa de tratamiento que comprende el agente de hidrofobicidad.

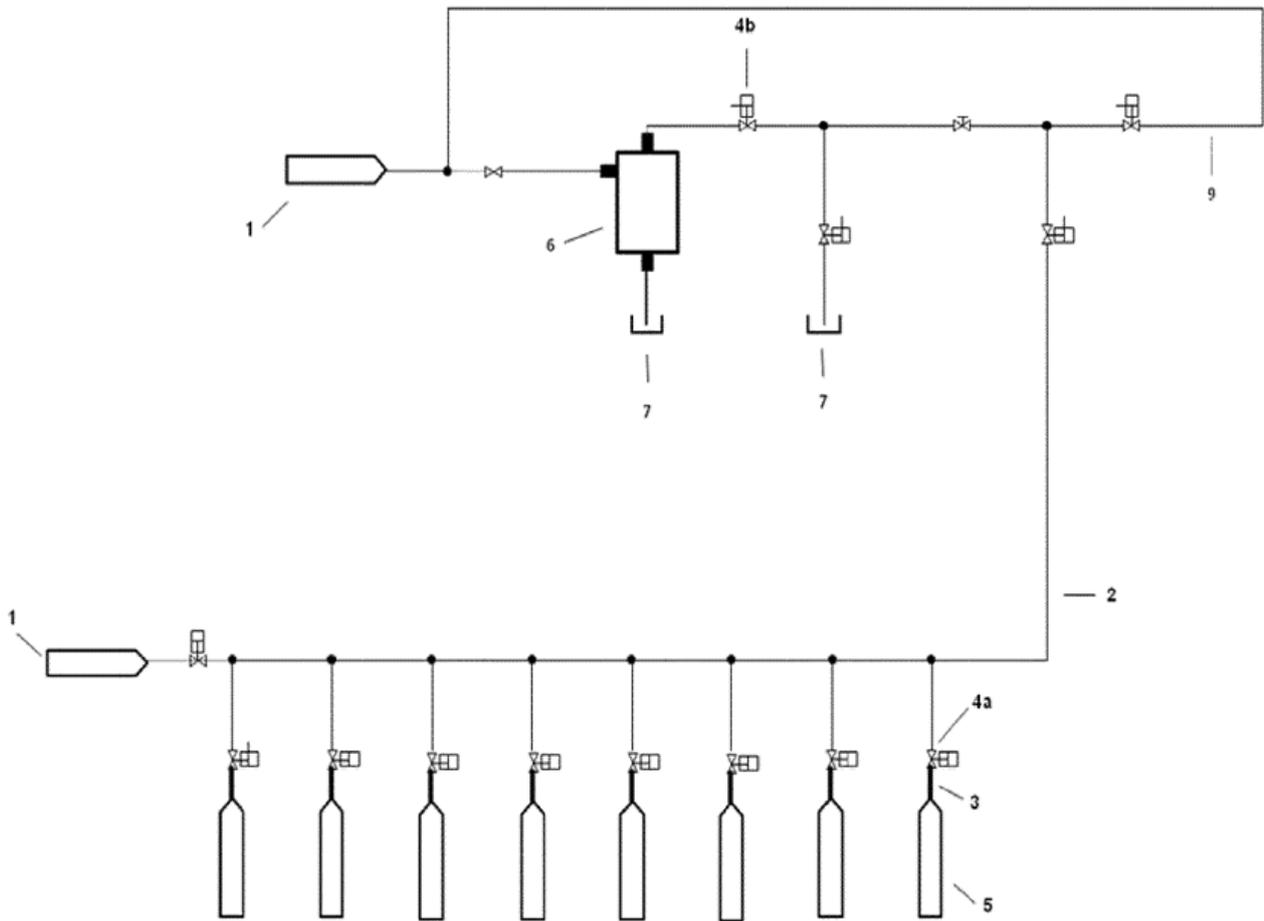


Fig. 1

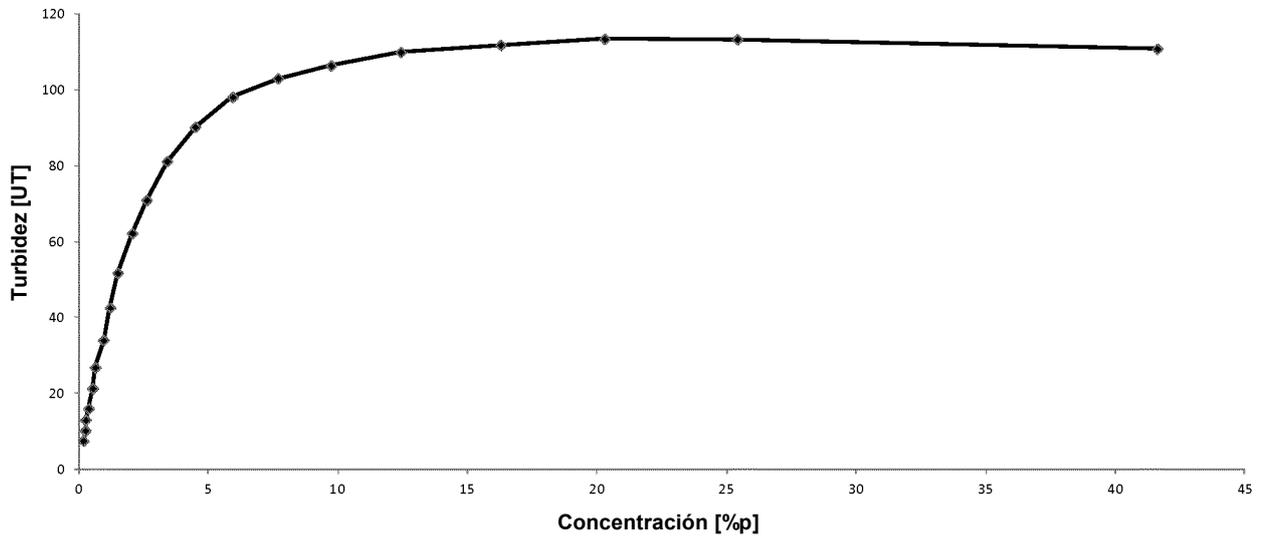


Fig. 2