

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 731 584**

51 Int. Cl.:

C09C 1/42	(2006.01)
C09D 5/02	(2006.01)
C09D 5/14	(2006.01)
C09D 7/00	(2008.01)
C08K 3/34	(2006.01)
D21H 19/40	(2006.01)
D21H 21/52	(2006.01)
C09D 7/43	(2008.01)
C09D 7/61	(2008.01)
C09D 7/40	(2008.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2003 PCT/US2003/035984**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.06.2004 WO04050773**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2003 E 03783324 (1)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.02.2019 EP 1567601**

54 Título: **Suspensiones de caolín calcinado, de partícula grande, de alto contenido de sólidos**

30 Prioridad:

02.12.2002 US 430087 P

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

18.11.2019

73 Titular/es:

**IMERYS PIGMENTS, INC. (100.0%)
100 Mansell Court East, Suite 300
Roswell, GA 30076, US**

72 Inventor/es:

**SARE, EDWARD J.;
ADKINS, TOMMY L. y
RAPER, STEPHEN C.**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 731 584 T3

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

DESCRIPCIÓN

Suspensiones de caolín calcinado, de partícula grande, de alto contenido de sólidos

5 La presente invención se refiere a suspensiones de caolín calcinado grueso que tiene un alto contenido de sólidos, a su producción y su uso. Las suspensiones resultantes pueden tener un contenido de sólidos de al menos aproximadamente 58% en peso donde al menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos aproximadamente 1 μm . Las suspensiones tienen muchos usos, los cuales incluyen como materiales de relleno extensores en composiciones de pinturas y recubrimientos. De manera más general, los productos de la invención pueden usarse en cualquier parte que se usen caolines calcinados.

10 Los caolines en forma de partículas se dan en la naturaleza en forma hidratada y existen como estructuras cristalinas enlazadas conjuntamente por fracciones que contienen hidroxilo. Los caolines en forma de partículas pueden convertirse a una forma calcinada mediante procedimientos térmicos. Tales procedimientos causan que el caolín en forma de partículas se deshidroxile y se agregue, de modo que el caolín se convierta de una forma cristalina a una amorfa.

15 Los caolines calcinados pueden usarse para mejorar la opacidad de un pigmento. Los caolines calcinados encuentran un uso generalizado en calidad de pigmentos en pinturas, plásticos, cauchos, sellantes y como materias primas para cerámicas, productos de cemento y otras composiciones de aplicación. Como agentes de aplanamiento (o de acabado mate) en pinturas y recubrimientos, pueden ayudar a controlar el brillo y lustre de las superficies de los sustratos a los cuales son aplicados. Como opacificantes, pueden impartir opacidad, blancura y otras propiedades ópticas deseables. Como extendedores (diluyentes), pueden permitir un reemplazo parcial del dióxido de titanio y otros pigmentos más costosos con pérdida mínima de blancura u opacidad.

20 Generalmente, las propiedades de los pigmentos de caolín están influenciadas por la morfología de las partículas que constituyen el pigmento. La morfología de la partícula de caolín para caolines tanto hidratados, como calcinados puede ser influenciada por tales factores como el tamaño (expresado en términos de distribución de tamaño de partícula, o PSD, y tamaño de partícula), forma y textura de las partículas individuales y de los aglomerados. La publicación US 5,393,340 está dirigida a pigmentos de metacaolín obtenidos mediante molienda de materiales altamente intensa. La publicación US 6,150,289 está dirigida al uso de partículas de arcilla de caolín calcinado en composiciones de recubrimiento para recubrir papel de inyección de tinta. La publicación US 3,372,043 divulga un procedimiento para secar por aspersión arcillas de caolín en presencia de una pequeña cantidad de arcilla coloidal adicionada, seleccionadas del grupo que consiste en atapulgita coloidal, sepiolita coloidal, montmorillonita y mezclas de las mismas; las microesferas secadas por aspersión que se obtienen son menos frágiles como resultado de la presencia del aditivo de arcilla coloidal y mantienen propiedades de flujo deseables durante el manejo y el uso.

30 La presente invención se refiere a suspensiones de caolín calcinado grueso que tiene un alto contenido de sólidos. La presente invención se define en y por las reivindicaciones adjuntas.

35 Un aspecto de la invención proporciona una composición que comprende una suspensión que comprende caolín calcinado. Al menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos alrededor de 1 μm y la suspensión tiene un contenido de sólidos de al menos aproximadamente 58% en peso con relación al peso total de la suspensión.

Otro aspecto de la invención proporciona un procedimiento para preparar una suspensión que comprende:

- 40 (a) proporcionar un caolín calcinado en el cual al menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos alrededor de 1 μm ;
- (b) combinar el caolín calcinado con agua; y
- (c) obtener una suspensión que tiene un contenido de sólidos de al menos alrededor de 58% en peso en relación con el peso total de la suspensión.

45 Otro aspecto de la presente invención proporciona un procedimiento para preparar una suspensión que tiene un contenido de sólidos de al menos aproximadamente 58 % en peso, en relación con el peso de la suspensión, que comprende proporcionar un caolín calcinado, donde al menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos aproximadamente 1 μm , y el caolín calcinado no ha sido sometido a molienda mecánica; e introducir el caolín calcinado al agua.

50 Otro aspecto de la presente invención proporciona una composición de pintura que comprende una suspensión que comprende caolín calcinado, en donde por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm , y la suspensión tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 58% en peso, con relación al peso total de la suspensión.

Otro aspecto de la presente invención proporciona un procedimiento para hacer un papel recubierto o cartón recubierto. El procedimiento comprende recubrir un sustrato fibroso con suspensión; la suspensión comprende caolín

calcinado en donde por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm y la suspensión tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 58% en peso con relación al peso total de la suspensión.

5 En un aspecto de la presente invención se proporciona una composición que comprende una suspensión que comprende caolín calcinado. En este aspecto, la suspensión puede tener un contenido de sólidos de aproximadamente 58% en peso con relación al peso total de la suspensión. De acuerdo con otro aspecto de la invención, la suspensión tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 60% en peso con relación al peso total de la suspensión. Por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado puede tener un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm .

10 Las suspensiones de caolín que tienen alto contenido de sólidos son generalmente deseadas debido a que el volumen minimizado de suspensión permite la facilidad de manejo y reducción de costes de transporte. Así, volúmenes mínimos de tales suspensiones de caolín de más alta densidad pueden ser útiles en productos que contienen estas suspensiones.

15 Un descubrimiento inesperado es que una suspensión de alto contenido de sólidos puede ser obtenida como un caolín calcinado grueso, es decir, en donde por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de aproximadamente 1 μm . Los tamaños de partícula y otras propiedades de tamaño de partícula referidas en la presente solicitud, se miden de una manera bien conocida, por ejemplo, por sedimentación del material particulado en una condición completamente dispersa en un medio acuoso usando un instrumento SEDIGRAPH 5100, tal como es suministrado por Micromeritics Corporation. Todos los datos de tamaño de partícula medidos y reportados
20 aquí, incluyendo en los ejemplos, se tomaron de una manera conocida, con mediciones hechas en agua a la temperatura estándar de 34.9°C. Todos los porcentajes y cantidades expresados aquí están en peso. Todas las cantidades, porcentajes e intervalos expresados aquí son aproximados.

25 De acuerdo con un aspecto de la invención, por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm . De acuerdo con otro aspecto de la invención, por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula que varía de aproximadamente 1 μm a aproximadamente 10 μm . En un aspecto más de la invención, el caolín calcinado comprende por lo menos aproximadamente 45% en peso, tal como una cantidad de por lo menos aproximadamente 50% en peso, de partículas que tienen un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm . En otro aspecto más, el caolín calcinado comprende por lo menos aproximadamente 40% de partículas en peso que tienen un tamaño de
30 partícula de aproximadamente 2 μm , tal como una cantidad de por lo menos aproximadamente 45% en peso que tienen un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 2 μm , o una cantidad de por lo menos aproximadamente 50% en peso que tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 2 μm .

35 "Caolín calcinado", tal como se utiliza aquí, se refiere a un caolín que se ha convertido del caolín hidratado correspondiente (que existe de manera natural) a la forma deshidroxilada mediante procedimientos térmicos. La calcinación cambia, entre otras propiedades, la estructura del caolín de cristalina a amorfa. La calcinación se efectúa al tratar con calor el caolín hidratado grueso o fino de manera conocida, por ejemplo, a temperaturas que varían de 500 °C a 1200 °C, tal como temperaturas que varían de 800 °C a 1200°C.

40 El grado al cual el caolín hidratado se somete a los cambios en forma cristalina puede depender de la cantidad de calor a la cual es sometido el caolín hidratado. Inicialmente, la deshidroxilación del caolín hidratado puede ocurrir al exponerse al calor. A temperaturas por debajo de un máximo de aproximadamente 850 - 900 °C, el producto frecuentemente se considera virtualmente deshidroxilado y la estructura amorfa resultante comúnmente se denomina metacaolín. Frecuentemente, la calcinación a esta temperatura es referida como "calcinación parcial" y el producto también puede ser referido como "caolín parcialmente calcinado". Seguir calentando a temperaturas por encima de
45 aproximadamente 900 - 950 °C puede dar lugar a cambios estructurales adicionales, tal como la densificación. La calcinación a estas temperaturas más altas comúnmente se denomina "calcinación completa" y el producto comúnmente se denomina "caolín completamente calcinado".

50 La calcinación adicional puede ocasionar la formación de mulita. Las concentraciones de mulita en el orden de aproximadamente 2% a aproximadamente 3% (en peso) en la composición de acuerdo con la invención pueden ser útiles en algunas aplicaciones de uso final, tales como sustratos de catalizador. En una forma de realización, el caolín calcinado comprende mulita. "Calcinado" (o "calcinación"), como se utiliza aquí, puede abarcar cualquier grado de calcinación incluyendo la calcinación parcial (meta) y/o completa y/o instantánea.

55 De acuerdo con un aspecto de invención, la composición que comprende la suspensión de caolín calcinado además comprende por lo menos un espesante (también comúnmente referido como un modificador de viscosidad). Los espesantes pueden estar presentes en la composición en una cantidad efectiva para espesar o estabilizar la suspensión, por ejemplo, en una cantidad que varía de aproximadamente 0.01% a aproximadamente 4% en peso, con relación al peso total de la suspensión, tal como una cantidad que varía de aproximadamente 0.01% a aproximadamente 2% en peso, con relación al peso total de la suspensión.

- Se puede utilizar cualquier espesante reconocido en la técnica. Ejemplos no limitativos adecuados de espesantes apropiados incluyen, pero no están limitados a, espesantes celulósicos, arcillas de montmorillonita o esmectita tal como bentonita, uretanos etoxilados modificados de modo hidrófugo (HEUR), poliácridatos, polivinipirrolidona, alginato de sodio, goma de xantano, espesantes de sílice, silicato de sodio magnesio (por ejemplo, Laponite®), copolímeros de ácido acrílico, poliéteres no iónicos modificados de modo hidrófugo (por ejemplo, Aquaflow®) y mezclas de los mismos.
- Los espesantes celulósicos tienen una columna vertebral polimérica a de celulosa que tiene una unidad de repetición de anhidroglucosa. Los éteres de celulosa forman una clase de espesantes celulósicos. Ejemplos no limitativos adecuados de éteres de celulosa útiles de acuerdo con la invención incluyen alquil-celulosas, carboximetil celulosas (CMC), etilhidroxietil celulosas, hidroximetil celulosas (HMC), hidroxietil celulosas (HEC) e hidroxipropil celulosas. Ejemplos de éteres de celulosa incluyen METHOCEL® A (Dow Chemical Company, Midland, MI), que es una metilcelulosa, y METHOCEL® E, F, J y K, que son productos de hidroxipropilo donde se usa óxido de propileno, además de cloruro de metileno, para obtener la sustitución de hidroxipropilo sobre las unidades de anhidroglucosa de la columna vertebral de celulosa. Otros espesantes celulósicos incluyen Acrysol® DR-73 (Rohm and Haas, Filadelfia, PA) y Acrysol® 935 (Rohm and Haas, Filadelfia, PA). Hidroxietil celulosas ejemplares incluyen etilhidroxietil celulosas, que pueden ser obtenidas como productos BERMOCOLL® (Akzo Nobel).
- Las gomas de xantano ejemplares incluyen los productos de goma de xantano Kelzan® (CP Kelco US, Wilmington, DE), Kelzan®, Kelzan® AR, Kelzan® ASX, Kelzan® ASX T, Kelzan® CC, Kelzan® HP, Kelzan® RD, Kelzan® S, Kelzan® ST, Kelzan® T, Kelzan® XLC, y Kelfo®.
- Los silicatos de sodio magnesio ejemplares incluyen los productos Laponite® (Southern Clay Products, Gonzales, TX), tal como Laponite® XLG.
- Un espesante de uretano etoxilado modificado de modo hidrófugo a modo de ejemplo es Acrysol® SCT-275 (Rohm and Haas, Filadelfia, PA), que es un espesante asociativo de HEUR no iónico.
- Los poliésteres no iónicos modificados de modo hidrófugo a manera de ejemplo incluyen los modificadores de reología Aquaflow® (Hercules, Wilmington, DE), tales como Aquaflow® NLS 200 o Aquaflow® NHS 300.
- Un poliácridato ejemplar es Carbopol®, un polímero a base de ácido acrílico, reticulado, de alto peso molecular.
- En una forma de realización, por lo menos un espesante es Acrysol® DR-73. En otra forma de realización, el por lo menos un espesante es una mezcla que comprende 10 partes de Acrysol® SCT-275 y 1 parte de Acrysol® TT-935.
- En una forma de realización, la suspensión además comprende por lo menos un biocida. Los biocidas están generalmente presentes en la composición a niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, tal como una cantidad que varía de aproximadamente 0.01% a aproximadamente 1% en peso, con relación al peso total de la suspensión. Cualquier biocida/ agente de prevención de deterioro reconocido en la técnica puede ser utilizado, tales como los compuestos de amonio cuaternario, compuestos orgánicos de azufre y compuestos que contienen halógeno. Los biocidas apropiados incluyen, pero no están limitados a, metaborato, dodecilbencenosulfonato de sodio, benzoato de sodio, bencisotiazolina, isotiazolina, tiona, glutaraldehído, bromonitropropanodiol, bromohidroxiaacetofenona, dibromodicianobutano, ortofenilfenato de sodio, clorhidrato de dodecilguanidina, oxazolidinas, adamantanos, hidantoínas, dibromonitropropionamida, bromonitroestireno, metilbistiocianato, sulfato de tetraquis hidroximetil fosfonio, dimetiliditiocarbamato de sodio, clorometilfenol y otros compuestos vendidos comercialmente para esta función.
- Bencisotiazolina puede obtenerse como un producto Proxel® (Avecia, Wilmington, DE) que contiene 1,2-bencisotiazolin-3-ona. Los productos Proxel® incluyen Proxel® BD20, Proxel® GXL, Proxel® MW200, Proxel® LV, Proxel® SE, Proxel® TN, Proxel® XL2, Proxel® DL y Proxel® BZ.
- En una forma de realización, la suspensión además comprende por lo menos un dispersante. El por lo menos un dispersante puede estar presente en una cantidad efectiva para proporcionar un efecto dispersante deseado, por ejemplo, en una cantidad que varía de aproximadamente 0.01% a aproximadamente 2% en peso, con relación al peso total de la suspensión, tal como una cantidad que varía de aproximadamente 0.01% a aproximadamente de 1% en peso. Los dispersantes pueden ser escogidos de cualquiera de dispersantes reconocidos en la técnica para el uso en composiciones de pigmento, recubrimiento de papel o de relleno de papel. Los dispersantes serán fácilmente evidentes para la persona experta. Los dispersantes pueden ser escogidos de polielectrolitos tales como poliácridatos y copolímeros que contienen especies de poliácridato, por ejemplo, sales de poliácridato (tales como sales de sodio, amonio y potasio), hexametáfosfatos de sodio, ácido polifosfórico, fosfato de sodio condensado, alcanolaminas y otros reactivos comúnmente utilizados para esta función. Otros ejemplos no limitativos de dispersantes adecuados incluyen 2-amino-2-metil-1-propanol, pirofosfato de tetrasodio, fosfato de trisodio, fosfato de tetrasodio, tripolifosfato de sodio, silicato de sodio, carbonato de sodio, sales de sodio o potasio de ácidos débiles, tal como ácido naftaleno sulfónico condensado y ácido carboxílico polimérico y sales poliméricas orgánicas solubles en agua, tales como poliácridato de sodio o de amonio, y polimetacrilatos tales como polimetacrilatos de sodio o de amonio.

En una forma de realización, la suspensión tiene un pH que varía de 8 a 10. Para lograr el pH deseado, la composición además puede comprender por lo menos un modificador del pH soluble en agua. Ejemplos no limitativos de modificadores del pH adecuados incluyen carbonato de sodio, amino-2-metil-1-propanol, hidróxido de sodio e hidróxido de amonio.

- 5 Los caolines pueden asentarse de algunas soluciones en suspensión, ocasionando desestabilización de la suspensión. Un alto contenido de sólidos puede contribuir a la desestabilización de la suspensión. Por consiguiente, un aspecto de la invención proporciona una composición donde la suspensión es estabilizada. Una "suspensión estabilizada" se refiere a una suspensión donde el caolín no se asienta de modo apreciable a partir de la solución a través del tiempo. De acuerdo con un aspecto de la invención, una muestra de suspensión de 250 mL que comprende caolín calcinado que tiene por lo menos aproximadamente 58% de sólidos es estabilizada si, después de una semana, muestra un volumen de sólidos asentados de menos de o igual a aproximadamente 10 mL. De acuerdo con otro aspecto de la invención, la muestra de suspensión se estabiliza si el volumen de sólidos asentados es menor que o igual a aproximadamente 5 mL. De acuerdo con otro aspecto más de la invención, la muestra de suspensión se estabiliza si el volumen de sólidos asentados es menor que o igual a aproximadamente 2 mL. De acuerdo con otro aspecto más de la invención, la muestra de suspensión se estabiliza si el volumen de sólidos asentados es menor que o igual a aproximadamente 1.5 mL. De acuerdo con todavía otro aspecto de la invención, la muestra de suspensión se estabiliza si el volumen de sólidos asentados es menor que o igual a aproximadamente 1 mL.

- 20 En otro aspecto de la invención, una suspensión estabilizada exhibe poca o nada de sinéresis, es decir separación de líquido de un gel o suspensión causada por contracción. De acuerdo con un aspecto de la invención, una muestra de suspensión de 250 mL que comprende caolín calcinado que tiene por lo menos aproximadamente 58% de sólidos exhibe poca o nada de sinéresis si la suspensión exhibe un volumen de sólidos asentados de menos de o igual a aproximadamente 10 mL. De acuerdo con otro aspecto de la invención, una muestra de suspensión exhibe poca o nada de sinéresis si el volumen de sólidos asentados es menor que o igual a aproximadamente 5 mL. De acuerdo con otro aspecto de la invención, una muestra de suspensión exhibe poca o nada de sinéresis si el volumen de sólidos asentados es menor que o igual a aproximadamente 2 mL. De acuerdo con otro aspecto más de la invención, la muestra de suspensión se estabiliza si el volumen de sólidos asentados es menor que o igual a aproximadamente 1.5 mL. De acuerdo con otro aspecto más de la invención, la muestra de suspensión se estabiliza si el volumen de sólidos asentados es menor que o igual a aproximadamente 1 mL.

- 30 De acuerdo con un aspecto de la invención, la composición comprende una suspensión estabilizada que comprende caolín calcinado. Por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado puede tener un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm y la suspensión puede tener un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 58% en peso, con relación al peso total de la suspensión. La suspensión además puede comprender por lo menos un espesante presente en una cantidad efectiva para estabilizar la suspensión. En otras modalidades, por lo menos aproximadamente 45% en peso, tal como una cantidad de por lo menos aproximadamente 50% en peso, del caolín calcinado puede tener un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm , tal como un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 2 μm o un tamaño de partícula que varía de aproximadamente 1 μm a aproximadamente 10 μm .

Otro aspecto de la presente invención proporciona un procedimiento para preparar una suspensión. En una forma de realización, el procedimiento comprende:

- 40 (a) proporciona un caolín calcinado, en donde por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm ;
- (b) combinar el caolín calcinado con agua; y
- (c) obtener una suspensión que tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 58% en peso, con relación al peso total de la suspensión.

- 45 Los procedimientos de calcinación efectivos incluyen, pero no están limitados a, la calcinación con impregnación y la calcinación instantánea. En la calcinación con impregnación, un caolín hidratado se trata con calor a temperaturas que varían de 500 °C a 1200°C, tal como temperaturas que varían de 800°C a 1200 °C, de 850 - 900 °C o de 900-950 °C, como es descrito aquí, por un periodo de tiempo (por ejemplo, de por lo menos 1 minuto a 5 o más horas) suficiente para deshidroxilar el caolín. En la calcinación instantánea, un caolín hidratado se calienta rápidamente durante un periodo de menos de 1 segundo, típicamente menos de 0.5 segundos.

- 50 El horno, estufa u otro aparato de calentamiento usado para efectuar la calcinación del caolín hidratado puede ser de cualquier clase conocida. Los dispositivos conocidos adecuados para llevar a cabo la calcinación con impregnación incluyen hornos de alta temperatura y estufas rotatorias y verticales. Los dispositivos conocidos para efectuar la calcinación instantánea incluyen dispositivos de calentamiento de flujo de fluido toroidal, tal como aquellos descritos en WO 99/24360, cuya descripción es incorporada por referencia a la presente descripción.

- 55 Las partículas de caolín calcinadas gruesas (o parcialmente calcinadas) adecuadas para la alimentación en la presente invención se pueden preparar por procedimientos conocidos para aquellos expertos en la técnica. Por ejemplo, la alimentación gruesa adecuada puede ser obtenida de una manera sugerida por Sare y colaboradores, patente

estadounidense No. 6,103,005, cuya divulgación es incorporada por referencia a la presente descripción. Por ejemplo, las alimentaciones adecuadas como componentes gruesos de la presente invención pueden ser obtenidos por procedimientos conocidos a partir de partículas que tienen un tamaño de partícula medio superior a aproximadamente 2.0 μm .

5 En una forma de realización, el procedimiento además comprende introducir por lo menos un ingrediente adicional antes de (c), donde por lo menos un ingrediente adicional se escoge de espesantes y dispersantes. En otra forma de realización, el procedimiento comprende adicionar por lo menos un espesante y por lo menos un dispersante antes de (c). En una forma más de realización, el procedimiento comprende adicionar por lo menos un biocida antes o después de (c).

10 En una forma de realización, el procedimiento comprende introducir por lo menos un modificador de pH antes de (c). Por ejemplo, (b) puede incluir ajustar el pH a un valor que varía de por lo menos aproximadamente 6.2 a aproximadamente 7.5, tal como un pH que varía de 6.2 a 7, o un pH que varía de 7 a 7.5. El ajuste puede lograrse adicionando por lo menos un modificador del pH como es conocido en la técnica. Ejemplos no limitativos adecuados de modificadores del pH incluyen carbonato de sodio, 2-amino-2-metil-1-propanol, hidróxido de sodio e hidróxido de amonio.

15 El caolín calcinado se puede combinar con agua mediante cualquier procedimiento conocido en la técnica. Por ejemplo, el caolín calcinado seco puede ser combinado con agua en una prensa taladradora. En una forma de realización, la combinación se puede realizar en la presencia de por lo menos un dispersante. En otra forma de realización, por lo menos un modificador de pH se puede adicionar mediante el procedimiento de combinación para mantener el pH a un valor que varía de por lo menos aproximadamente 6.2 a aproximadamente 7.5, o cualquiera de los niveles mencionados anteriormente.

En una forma de realización, antes de (c), es decir, antes o después de (b), el pH se puede ajustar a un valor que varía de por lo menos aproximadamente 8 a aproximadamente 10.0. El ajuste se puede obtener adicionando por lo menos un modificador del pH, tales como aquellos descritos aquí, o cualquier otro modificador del pH conocido en la técnica.

25 En una forma de realización, la suspensión puede ser cribada o filtrada. El cribado o filtrado se puede realizar mediante cualquier procedimiento conocido en la técnica, tal como el cribado a través de una criba de malla.

En una forma de realización, el caolín calcinado grueso en la suspensión tiene una cantidad mínima de materiales finos. Frecuentemente, el caolín se muele para obtener un tamaño de partícula deseado. Sin embargo, es bien conocido, que la molienda produce partículas más pequeñas. Así, en una forma de realización, el caolín calcinado no se somete a la molienda mecánica para minimizar la cantidad de finos y para asegurar que por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tenga un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm . Por consiguiente, un aspecto de la presente invención proporciona un procedimiento para preparar una suspensión que comprende proporcionar caolín calcinado, y por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm , en donde el caolín calcinado no se ha sometido a molienda mecánica. El caolín calcinado que no ha sido molido mecánicamente, luego puede ser introducido al agua.

30 De acuerdo con otro aspecto, la suspensión comprende una cantidad mínima de materiales finos, donde menos de, o igual a, aproximadamente 10% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula inferior a aproximadamente 1 μm , tal como un tamaño de partícula de menos de aproximadamente 0.5 μm . De acuerdo con otro aspecto, menos de o igual a aproximadamente 15%, o aproximadamente 20%, en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de menos de aproximadamente 1 μm , tal como un tamaño de partícula de menos de aproximadamente 0.5 μm .

40 Otro aspecto de la invención proporciona un procedimiento para preparar una suspensión que tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 58% en peso, con relación al peso de la suspensión. El procedimiento comprende:

45 proporcionar un caolín calcinado, en donde por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm , y el caolín calcinado no se ha sometido a la molienda mecánica; e

introducir el caolín calcinado al agua.

50 En un aspecto de la invención, el caolín calcinado se ha sometido a molienda mecánica. La molienda mecánica puede ser realizada antes de (b), es decir, antes o después de (a). Cualquier procedimiento de molienda reconocido en la técnica puede ser usado con la presente invención, incluyendo, pero no limitando a, por ejemplo, la molienda húmeda usando un medio de arena o cerámica. De acuerdo con una modalidad, el caolín calcinado puede ser preparado mediante la pulverización ligera, por ejemplo, molienda o moledura, de un caolín calcinado grueso. La pulverización se puede llevar a cabo mediante el uso de cuentas o gránulos de un auxiliar de molienda o moledura de cerámica o plástico, por ejemplo, nylon. Las energías de molienda apropiadas serán fácilmente evidentes y fácilmente calculadas por la persona experta para mantener los tamaños de partícula deseados. En una forma de realización, la molienda

se realiza al grado de que por lo menos aproximadamente 40% en peso, tales como cantidades de por lo menos aproximadamente 45% o por lo menos aproximadamente 50% en peso del caolín calcinado sea de por lo menos aproximadamente 1 μm .

5 Los caolines calcinados que tienen un tamaño de partícula grueso pueden ser útiles en composiciones para pintura. Por consiguiente, otro aspecto de la presente invención proporciona una composición para pintura que comprende cualquiera de las suspensiones descritas aquí. En una forma de realización, la pintura comprende una suspensión que comprende caolín calcinado, en donde por lo menos aproximadamente 40%, tales como cantidades de por lo menos aproximadamente 45% o por lo menos aproximadamente 50% en peso del caolín calcinado en la suspensión tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm y la suspensión tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 58% en peso, con relación al peso total de la suspensión. En otra forma de realización, la suspensión además puede comprender por lo menos un espesante presente en una cantidad efectiva para estabilizar la suspensión.

15 Las composiciones de pintura que comprenden caolín calcinado y opcionalmente por lo menos un ingrediente escogido de espesantes, dispersantes y biocidas, como es descrito aquí, adicionalmente pueden comprender por lo menos un ingrediente adicional escogido de un aglutinante polimérico, un pigmento primario tal como dióxido de titanio, un pigmento secundario tal como carbonato de calcio, sílice, nefalina sienita, feldespato, dolomita, tierra de diatomea y tierra de diatomea calcinada en flujo. Para versiones a base de agua de tales composiciones de pintura, puede ser utilizado cualquier aglutinante dispersable en agua, tal como alcohol polivinílico (PVA) y acrílico. Las composiciones de pintura de la presente invención también pueden comprender otros aditivos convencionales, incluyendo, pero no limitando a, agentes tensoactivos, espesantes, antiespumantes, agentes humectantes, dispersantes, disolventes y coalescentes.

20 Los productos de caolín calcinado de la invención pueden ser utilizados en composiciones de recubrimiento en las cuales se desean cualquiera de estas características. Los productos de la invención también pueden ser útiles en cualquiera parte en que se utilicen caolines, tal como en la fabricación de plásticos rellenos, cauchos, sellantes, cables, productos de cerámica, productos cementosos y productos de papel y recubrimientos de papel.

25 La presente invención se puede utilizar en la producción de todos los grados de papel, desde papel recubierto de ultrapeso ligero a cartón recubierto o relleno. Los productos de papel y cartón pueden comprender un recubrimiento que puede mejorar la brillantez y opacidad del papel o cartón terminado.

30 Los productos inventivos también pueden servir como extendedores, permitiendo el reemplazo parcial de los pigmentos de dióxido de titanio costosos sin pérdida inaceptable de la opacidad o firmeza de la tinta. El material extendedor puede ser usado en papel, polímeros, pinturas y similares o como un pigmento de recubrimiento, ingrediente de color para el recubrimiento de papel, cartón, papeles de plástico y similares.

35 Así, un aspecto de la presente invención proporciona un procedimiento para hacer un papel recubierto o cartón recubierto. El procedimiento comprende recubrir un sustrato fibroso con una suspensión, como es descrito aquí. En una forma de realización, la suspensión comprende caolín calcinado en donde por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm , y la suspensión tiene un contenido de sólidos de por lo menos aproximadamente 58% en peso, con relación al peso total de la suspensión.

40 Los recubrimientos de papel de acuerdo con la presente invención pueden incluir además del caolín calcinado como es descrito en anteriormente, materiales generalmente usados en la producción de recubrimientos de papel y materiales de relleno de papel. Las composiciones pueden incluir un aglutinante y un pigmento, tal como TiO_2 . Los recubrimientos según la presente invención pueden incluir opcionalmente otros aditivos que incluyen, pero no se limitan a, dispersantes, agentes de reticulación, auxiliares de retención de agua, modificadores de viscosidad o espesantes, auxiliares de lubricación o de calandrado, antiespumantes/desespumantes, aditivos de retención del brillo de la tinta, mejoramiento de frotación en seco buen húmedo o aditivos de resistencia a la abrasión, aditivos de mejoramiento de recolección en seco o en húmedo, agentes de abrillantamiento óptico o agentes de blanqueamiento fluorescentes, tintes, biocidas, auxiliares de nivelación o igualación, aditivos de resistencia a grasa o a aceite, aditivos de resistencia al agua y/o insolubilizadores.

45 Cualquier aglutinante reconocido en la técnica puede ser usado en la presente invención. Los aglutinantes ejemplares incluyen, pero no están limitados a, adhesivos derivados de almidón natural obtenidos de una fuente vegetal conocida, por ejemplo, trigo, maíz, patata o tapioca; aglutinantes sintéticos, incluyendo estireno butadieno, látex acrílico, látex de acetato de vinilo o estireno acrílico; caseína; alcohol polivinílico; acetato de polivinilo; o mezclas de los mismos.

50 Los recubrimientos de papel tienen niveles de aglutinantes muy diferentes dependiendo del tipo de impresión que es utilizada con el producto de papel recubierto. Los niveles de aglutinantes apropiados basados en el producto final deseado serán fácilmente evidentes para la persona experta. Los niveles de aglutinantes se controlan para permitir que las superficies reciban tintas sin interrupción. Los niveles de aglutinante de látex para recubrimientos de papel generalmente varían de aproximadamente 3% a aproximadamente 30%. En una forma de realización de acuerdo con la presente invención, el aglutinante está presente en el recubrimiento de papel en una cantidad de aproximadamente

3% a aproximadamente 10%. En otra forma de realización de acuerdo con la presente invención, el aglutinante está presente en el recubrimiento en una cantidad que varía de aproximadamente 10% a aproximadamente 30% en peso.

La invención será clarificada adicionalmente mediante los siguientes ejemplos no limitativos, que pretenden ser puramente ejemplares de la invención.

5 **Ejemplos**

Ejemplo 1

10 La distribución de tamaño de partícula de una muestra de 10,000 g de caolín calcinado de partícula gruesa "A" se resume en la Tabla I. A partir de la Tabla I, se puede observar que por lo menos aproximadamente 40% en peso de caolín calcinado "A" tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 µm. El caolín calcinado se obtuvo como Glomax® LL (Imerys). El caolín calcinado se suspendió con 5,268 g de agua con agitación. El pH de la suspensión resultante primero se obtuvo a 6.35 mediante la adición de 2-amino-2-metil-1-propanol (AMP-95®, Dow Chemical Company, Midland, MI), seguido por la agitación durante cinco minutos. Se obtuvo un contenido de sólidos de 64.9%. El pH de la suspensión luego se ajustó adicionalmente a 8.90 con 2-amino-2-metil-1-propanol adicional.

Tabla 1. Resumen de la Distribución de Tamaño de Partícula

Muestra	Distribución de tamaño de partícula, µm			
	10 µm	5 µm	2 µm	1 µm
A	99	92	66	42
B	98	85	59	44

15 La suspensión "A-1" fue preparada adicionando a 3300 g de suspensión "A", 0.55% de espesante (10 partes de Acrosol® SCT-275 y 1 parte de Acrosol® TT-935) en peso, en relación con el peso total de la suspensión, seguido por 30 minutos de agitación. El producto fue cribado sobre una criba de malla 200.

20 La suspensión "A-2" fue preparada adicionando a 3300 g de suspensión "A", 0.14% de espesante (Acrosol® DR-73) en peso, en relación con el peso total de la suspensión. Después de 30 minutos de agitación, el producto fue cribado sobre una criba de malla 200.

Las viscosidades de Brookfield de las suspensiones "A," "A-1" y "A-2" se resumen en la Tabla II.

Tabla II. Resumen de las Propiedades de la Suspensión

Muestra	% de sólidos	pH	Viscosidad Brookfield			
			10 RPM	20 RPM	50 RPM	100 RPM
A	64.9	8.80	70	60	62	76
A-1	64.2	8.65	1030	850	344	227
A-2	64.2	9.01	1110	750	446	327

25 La estabilidad relativa de las suspensiones "A-1" y "A-2" al asentamiento es resumida en la Tabla 111. Todas las observaciones se hicieron usando muestras de suspensión de 250 mL colocada en un cilindro volumétrico graduado de 250 mL. Como se puede observar en la Tabla III, ambas suspensiones "A-1" y "A-2" mostraron buena estabilidad de suspensión, y la suspensión "A-2" exhibe estabilidad excepcional durante el periodo de prueba completo.

Tabla III. Resumen de la Estabilidad al Asentamiento

Muestra	Tiempo, semanas			
	1	2	3	4
A-1 -Sinéresis	--	3 mL	8 mL	20 mL
Muestra	Tiempo, semanas			

ES 2 731 584 T3

Muestra	Tiempo, semanas			
	1	2	3	4
	1	2	3	4
A-2 - Sinéresis	--	--	--	--
A-2 - asentada	--	2 mL	3 mL	8 mL

5 Se realizaron estudios de pintura comparativos con pinturas preparadas con las suspensiones "A-1" y "A-2" frente a una pintura preparada con un caolín calcinado de partícula gruesa no suspendido "A". La formulación de pintura para una formulación de 44%, 55% y 71% de PVC se muestra como libras por 100 galones de pintura y porcentaje en peso, como se resume en las Tablas IV-IX.

Tabla IV. Formulaciones de 44% de PVC (Libras Por 100 Galones de Pintura)

Agua	290.0
KTPP (tripolifosfate de potasio)	1.8
Tamol® 731 (dispersante noniónico polimérico)	7.9
Igepal CO-610 (nonilfenol etoxilado)	4.0
Coloidess 681 F	3.0
Dióxido de titanio (R-706)	143.6
Gamaco (CaCO ₃)	96.3
Caolín calcinado ¹	148.9
Natrosol 250HR (hidroxietilcelulosa)	4.0
Dispersar a 4 NS, ² luego adicionar lo siguiente mientras se mezcla lentamente	
Ucar 379 (vinilo/acrílico)	338.6
Etilenglicol	24.8
Texanol (éster alcohol)	9.9
Agua	45.7
Sólidos en peso	52.7%
Sólidos en volumen	36.7%
¹ Base seca	
² Hegman estándar nacional	

Tabla V. Formulaciones de 44% de PVC (% en peso)

Agua	30.00
KTPP	0.16
Tamol 731	0.71
Igepal CO-610	0.36
Coloides 681 F	0.27
Dióxido de titanio (R-706)	12.84

ES 2 731 584 T3

Gamaco (CaCO ₃)	8.61
Caolín calcinado ¹	13.32
Natrosol 250HR	0.36
Ucar 379	30.27
Etilenglicol	2.22
Texanol	0.89
¹ Base seca	

Tabla VI. Formulaciones de 55% de PVC (libras por 100 galones de pintura)

Agua	342.4
KTPP	1.8
Tamol 731	8.0
Igepal CO-610	4.0
Coloides 681 F	3.0
Dióxido de titanio (R-706)	113.0
Gamaco (CaCO ₃)	115.0
Caolín calcinado	204.7
Natrosol 250HR	4.5
Dispersar a 4 NS, ² luego adicionar lo siguiente mientras se mezcla lentamente.	
Ucar 379	249.9
Etilenglicol	25.0
Texanol	10.0
Agua	55.0
Sólidos en peso Weiaht Solids	51.4%
Sólidos en volumen	34.0%
¹ Base seca	
² Hegman estándar nacional	

Tabla VII. Formulaciones de 55% de PVC (% en peso)

Agua	34.97
KTPP	0.16
Tamol 731	0.7
Igepal CO-610	0.35
Coloides 681 F	0.26
Dióxido de titanio (R-706)	9.94

ES 2 731 584 T3

Gamaco (CaCO ₃)	10.12
Caolín calcinado ¹	18.02
Natrosol 250HR	0.40
Ucar 379	21.99
Etilenglicol	2.20
Texanol	0.88
¹ Base seca	

Tabla VIII. Formulaciones de 71 % de PVC (libras por 100 galones de pintura)

Agua	328.8
KTPP	2.1
Tamol 731	8.0
Igepal CO-630	3.0
AMP-95	2.0
Drew L-475 (agente de control de espuma)	4.0
Dióxido de titanio (R-706)	68.3
Calwhite (CaCO ₃)	124.6
Caolín calcinado ¹	206.1
Natrosol Plus 330	7.5
Dispersar a 4 NS, ² luego adicionar lo siguiente mientras se mezcla lentamente.	
Ucar 379	124.6
Etilenglicol	10.0
Texanol	12.0
Agua	201.2
Sólidos en peso	44.1%
Sólidos en volumen	26.0%
¹ Base seca	
² Hegman estándar nacional	

Tabla IX. Formulaciones de 71% de PVC (% en peso)

Agua	48.1
KTPP	0.2
Tamol 731	0.7
Igepal CO-630	0.3
AMP-95	0.2

Drew L-475	0.4
Dióxido de titanio (R-706)	6.2
Calwhite (CaCO ₃)	11.3
Caolín calcinado ¹	18.3
Natrosol 250HR	0.7
Ucar 379	11.3
Etilenglicol	0.9
Texanol	1.1
¹ Base seca	

5 Las propiedades comparativas para la formulación de pintura se resumen en las Tablas X-XII. Se puede observar que el uso de la suspensión de alto contenido de sólidos tiene poco efecto en el brillo, lustre y otras propiedades de cualquiera de las pinturas. Así, la suspensión de alto contenido de sólidos puede producir una pintura que tiene propiedades óptimas mientras que se obtiene una densidad más alta de caolín calcinado. Esto es ventajoso por lo menos debido a que los volúmenes inferiores de la misma cantidad de caolín calcinado pueden ser transportados y manejados por los fabricantes de pintura.

Tabla X. Resultados de la Propiedad de la Película de Pintura de 44% de PVC

	Caolín calcinado "A" (comparativo)	Caolín calcinado Suspensión "A-1"	Caolín calcinado Suspensión "A-1"
60° brillo	2.9	3.3	3.3
85° lustre	6.8	8.1	8.2
L	95.3	95.3	95.1
a	-1.0	-1.0	-1.0
b	1.1	1.1	1.1
ASTM-E-313 White	86.3	86.5	86.1
ASTM-E-313 amarillo	1.2	1.2	1.2
Brillantez	89.8	89.8	89.5
Proporción de contraste	95.0	95.0	94.6
Tonalidad azul			
L	77.0	77.4	77.2
a	-11.2	-11.0	-11.1
b	-20.6	-20.2	-20.5
ΔL	--	-0.4	-0.2
Δa	--	-0.2	-0.1
Δb	--	-0.4	-0.3
ΔE	--	0.6	0.4

ES 2 731 584 T3

Tabla XI. Resultados de la Propiedad de la Película de Pintura de 55% de PVC

	Caolín calcinado "A"	Caolín calcinado Suspensión "A-1"	Caolín calcinado Suspensión "A-1"
60° Brillo	3.0	3.1	3.0
85° Lustre	8.2	8.1	7.8
L	95.2	94.9	94.8
a	-1.0	-1.0	-1.0
b	1.3	1.3	1.3
ASTM-E-313 Blanco	84.6	84.0	83.9
ASTM-E-313 Amarillo	1.7	1.7	1.7
Brillantez	89.4	88.7	88.6
Proporción de contraste	96.2	95.8	95.9
Tonalidad azul			
L	77.6	77.3	77.0
a	-11.0	-11.0	-11.1
b	-19.7	-19.7	-20.0
ΔL	--	0.3	0.6
Δa	--	0.0	0.1
Δb	--	0.0	0.3
ΔE	--	0.3	0.7

Tabla XII. Resultados de la Propiedad de la Película de Pintura de 71% de PVC

	Caolín calcinado "A"	Caolín calcinado Suspensión "A-1"	Caolín calcinado Suspensión "A-1"
60° Brillo	2.9	2.9	2.8
85° Lustre	3.8	2.9	2.9
L	95.4	94.9	94.9
a	-0.9	-0.9	-0.9
b	1.5	1.6	1.5
ASTM-E-313 Blanco	83.9	82.5	82.7
ASTM-E-313 Amarillo	1.9	2.1	2.1
Brillantez	89.4	88.4	88.5
Proporción de contraste	96.0	95.6	95.8

Tonalidad azul			
L	77.0	76.5	76.3
a	-11.1	-11.2	-11.3
b	-20.1	-20.2	-20.5
ΔL	--	0.5	0.7
Δa	--	0.1	0.2
Δb	--	0.1	0.4
ΔE	--	0.5	0.8

5 Una muestra de escala más grande de la suspensión "A-2" se preparó a 62.6% de sólidos. Un estudio de pintura comparativo se realizó con una pintura que contiene la suspensión "A-2" frente a una pintura que contiene el caolín calcinado de partícula gruesa, no suspendido "A" en una formulación de 71% de PVC convencional. La Tabla XIII resume los componentes de pigmento. Los resultados del estudio comparativo, resumidos en la Tabla XIV, muestran que la pintura preparada con la suspensión "A-2" proporciona un sistema de pigmento similar a la pintura preparada con caolín calcinado "A" en una base seca.

Tabla XIII. Resumen de la Formulación de Pintura de 71% de PVC de los Componentes de Pigmento

TiO ₂	68.3	68.3
CaCO ₃	124.6	124.6
Caolín calcinado	206.1	--
Caolín calcinado Suspensión ¹	--	329.2 (206.1) ²
¹ 62.6% de sólidos en suspensión		
² Base seca		

10

Tabla XIV. Resultados de la Propiedad de la Película de Pintura

	Caolín calcinado	Caolín calcinado Suspensión "A-2"
60° Brillo	2.8	2.8
85° Lustre	2.0	3.7
L (luminosidad)	95.7	95.4
a	-0.9	-0.9
b	1.6	1.6
ASTM-E-313 Blanco	83.9	83.2
ASTM-E-313 Amarillo	2.1	2.1
Brillantez	89.9	89.3
Proporción de contraste	96.8	96.0
Tonalidad azul		
L	80.4	79.8
a	-12.0	-11.9
b	-16.3	-16.7

ΔL	--	0.6
Δa	--	-0.1
Δb	--	0.4
$\Delta E (\Delta E = [(\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2]^{1/2})$	--	0.7

Ejemplo 2

- La distribución de tamaño de partícula del caolín calcinado de partícula gruesa "B" también se resume en la Tabla I. A partir de la Tabla 1, se puede observar que por lo menos aproximadamente 40% en peso del caolín calcinado "B" tiene un tamaño de partícula de por lo menos aproximadamente 1 μm . Además, el caolín calcinado "B" tiene una distribución bimodal. 3400 g de caolín calcinado "B" se suspendieron con 1830 g de agua mediante agitación. El pH de la suspensión resultante primero se ajustó a 7.45 mediante la adición de 2-amino-2-metil-1-propanol, seguido por la agitación durante 11 minutos. Se obtuvo un contenido de sólidos 64.4%. El pH de la suspensión luego se ajustó adicionalmente a 9.00 con 2-amino- 2-metil-1-propanol adicional.
- 5
- 10 La suspensión "B-1" se preparó adicionando 0.11% de espesante (Acrosol® DR-73). La suspensión se agitó durante 5 minutos.

Las viscosidades de Brookfield de las suspensiones "B" y "B-1" se resumen en la Tabla XV.

Tabla XV. Resumen de las Propiedades de la Suspensión

Muestra	Sólidos %	pH	Viscosidad Brookfield			
			10 RPM	20 RPM	50 RPM	100 RPM
B	64.4	9.00	104	84	89	120
B-1	64.4	8.26	1180	810	530	400

- 15 La estabilidad relativa de la suspensión "B-1" al asentamiento se resume en la Tabla XVI. Todas las observaciones se hicieron en una muestra de suspensión de 250 mL colocada en un cilindro volumétrico graduado de 250 mL. De la Tabla XVI se puede observar que la suspensión "B-1" exhibe estabilidad excepcionalmente buena durante el período de prueba completo.

Tabla XVI. Resumen de la Estabilidad al Asentamiento

Muestra	Tiempo, Días			
	2	5	7	14
B-1 -Sinéresis	1 mL	3 mL	5 mL	11 mL
B-1 – sólidos asentados	--	--	--	--

REIVINDICACIONES

- 5 1. Una composición que comprende una suspensión que comprende caolín calcinado, donde el caolín calcinado tiene una distribución de tamaño de partícula en la cual al menos 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos 1 μm y en el cual la suspensión tiene un contenido de sólidos de al menos 58% en peso en relación con el peso total de la suspensión y en el cual el caolín calcinado no se ha sometido a molienda mecánica.
2. La composición según la reivindicación 1, en la cual al menos 40 % en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula que varía de 1 μm a 10 μm .
3. La composición según la reivindicación 1, en la cual al menos 45 % en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos 1 μm .
- 10 4. La composición según la reivindicación 1, en la cual al menos 50 % en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos 1 μm .
5. La composición según la reivindicación 1, en la cual al menos 40 % en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos 2 μm .
- 15 6. La composición según la reivindicación 1, en la cual la suspensión tiene un contenido de sólidos de al menos 60 % en peso, en relación con el peso total de la suspensión.
7. La composición según la reivindicación 1, en la cual la suspensión comprende además al menos un espesante.
8. La composición según la reivindicación 7, en la cual el al menos un espesante se selecciona de espesante celulósicos, montmorillonita, arcillas de esmectita, uretanos etoxilados modificados de modo hidrófugo, poliacrilatos, polivinilpirrolidona, arginato de sodio, goma de xantano, espesantes de sílice, silicato de sodio magnesio, copolímeros de ácido acrílico y poliéteres no iónicos modificados de modo hidrófugo.
- 20 9. La composición según la reivindicación 8, en la cual el al menos un espesante es un espesante celulósico seleccionado de alquilcelulosas, carboximetilcelulosas, etilhidroxietilcelulosas, hidroximetilcelulosa, hidroxietilcelulosas e hidroxipropilcelulosa.
- 25 10. La composición según la reivindicación 7, en la cual el al menos un espesante se encuentra presente en una cantidad efectiva para estabilizar la suspensión.
11. La composición según la reivindicación 10, en la cual el al menos un espesante se encuentra presente en una cantidad que varía de 0.01% a 4 % en peso, en relación con el peso total de la suspensión.
12. La composición según la reivindicación 11, en la cual el al menos un espesante se encuentra presente en una cantidad que varía de 0.01% a 2 % en peso, en relación con el peso total de la suspensión.
- 30 13. La composición según la reivindicación 1, en la cual la suspensión comprende además al menos un dispersante.
14. La composición según la reivindicación 13, en la cual el al menos un dispersante se encuentra presente en una cantidad que varía de 0.01% a 2 % en peso, en relación con el peso total de la suspensión.
15. La composición según la reivindicación 14, en la cual el al menos un dispersante se encuentra presente en una cantidad que varía de 0.01% a 1 % en peso, en relación con el peso total de la suspensión.
- 35 16. La composición según la reivindicación 13, en la cual el al menos un dispersante se selecciona de polielectrolitos, sales sódicas de ácidos débiles, sales potásicas de ácidos débiles y sales poliméricas orgánicas solubles en agua.
17. La composición según la reivindicación 16, donde el al menos un dispersante es un polielectrolito seleccionado de poliacrilatos y copolímeros que contienen poliacrilatos.
- 40 18. La composición según la reivindicación 13, en la cual el al menos un dispersante se selecciona de 2-amino-2-metil-1-propanol, poliacrilatos, hexametáfosfatos de sodio, ácido polifosfórico, fosfato de sodio condensado, alcanolaminas, pirofosfato tetrasódico, fosfato trisódico, hexametáfosfato de sodio, fosfato tetrasódico, tripolifosfato de sodio, silicato de sodio, carbonato de sodio, sales sódicas de ácido naftaleno-sulfónico, sales potásicas de ácido naftaleno-sulfónico, sales sódicas de ácido carboxílico polimérico, sales potásicas de ácido carboxílico polimérico y polimetacrilatos.
19. La composición según la reivindicación 1, en la cual la suspensión comprende además al menos un biocida.
- 45 20. La composición según la reivindicación 19, en la cual el al menos un biocida se encuentra presente en una cantidad que varía de 0.01% a 1 % en peso, en relación con el peso total de la suspensión.
21. La composición según la reivindicación 19, en la cual el al menos un biocida se selecciona de compuestos de amonio cuaternario, compuestos orgánicos de azufre y compuestos que contienen halógeno.

22. La composición según la reivindicación 19, en la cual el al menos un biocida se selecciona de metaborato, dodecilbenceno sulfonato de sodio, benzoato de sodio, bencisotiazolina, isotiazolina, tiona, glutaraldehído, bromonitropropanodiol, bromohidroxiacetofenona, dibromodicianobutano, ortofenilfenato de sodio, clorhidrato de dodecilguanidina, oxazolidinas, adamantanos, hidantoínas, dibromonitrilopropionamida, bromonitroestireno, metilenebistiocianato, sulfato de tetrakis hidroximetil fosfonio, dimetilditiocarbamato de sodio, y clorometilfenol.
23. La composición según la reivindicación 1, en la cual la suspensión tiene un pH que varía de 8 a 10.
24. La composición según la reivindicación 1, en la cual la suspensión comprende además al menos un modificador de pH.
25. La composición según la reivindicación 24, en la cual el al menos un modificador de pH se selecciona de carbonato de sodio, amino-2-metil-1-propanol, hidróxido de sodio e hidróxido de amonio.
26. La composición según la reivindicación 1, en la cual el caolín calcinado comprende mulita.
27. Un procedimiento para preparar una suspensión que comprende:
- (a) proporcionar un caolín calcinado, donde el caolín calcinado tiene una distribución de tamaño de partícula en la cual al menos 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos 1 μm y donde el caolín calcinado no ha sido sometido a molienda mecánica;
- (b) combinar el caolín calcinado con agua; y
- (c) obtener una suspensión que tiene un contenido de sólidos de al menos 58 % en peso, en relación con el peso total de la suspensión.
28. El procedimiento según la reivindicación 27, que comprende además introducir al menos un dispersante antes de (c).
29. El procedimiento según la reivindicación 27 que comprende además introducir al menos un espesante antes de (c).
30. El procedimiento según la reivindicación 29, donde el espesante se introduce en una cantidad efectiva para estabilizar la suspensión.
31. El procedimiento según la reivindicación 27, que comprende además introducir al menos un modificador de pH antes de (c).
32. Un procedimiento para preparar una suspensión que tiene un contenido de sólidos de al menos 58 % en peso, en relación con el peso de la suspensión, y dicho procedimiento comprende:
- proporcionar un caolín calcinado que tiene una distribución de tamaño de partícula en la cual al menos 40% en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos 2 μm y donde el caolín calcinado no ha sido sometido a molienda mecánica; e
- introducir el caolín calcinado al agua.
33. Una pintura que comprende una suspensión que comprende caolín calcinado donde el caolín calcinado tiene una distribución de tamaño de partícula en la cual al menos 40 % en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos 1 μm , donde el caolín calcinado no ha sido sometido a molienda mecánica y donde la suspensión tiene un contenido de sólidos de al menos 58 % en peso, en relación con el peso total de la suspensión.
34. Un procedimiento para hacer un papel recubierto o un cartón recubierto, el cual comprende:
- recubrir un sustrato fibroso con suspensión y la suspensión comprende caolín calcinado, donde el caolín calcinado tiene una distribución de tamaño de partícula en la cual al menos 40 % en peso del caolín calcinado tiene un tamaño de partícula de al menos 1 μm , donde el caolín calcinado no ha sido sometido a molienda mecánica y donde la suspensión tiene un contenido de sólidos de al menos 58% en peso en relación con el peso total de la suspensión.