



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) BR 112012030165-9 B1



(22) Data do Depósito: 26/05/2011

(45) Data de Concessão: 19/01/2021

(54) Título: PROCESSO PARA FABRICAR SUSPENSÕES AQUOSAS COM ELEVADO TEOR DE SÓLIDOS, SUSPENSÃO AQUOSA COM ELEVADO TEOR DE SÓLIDOS, E, USO

(51) Int.Cl.: C09C 1/02; C09C 1/42; C09C 3/04; D21H 17/00; D21H 19/00.

(30) Prioridade Unionista: 07/04/2011 US 61/472713; 28/05/2010 EP 10164211.4.

(73) Titular(es): OMYA INTERNATIONAL AG.

(72) Inventor(es): MATTHIAS BURI; PATRICK A.C. GANE.

(86) Pedido PCT: PCT EP2011058649 de 26/05/2011

(87) Publicação PCT: WO 2011/147922 de 01/12/2011

(85) Data do Início da Fase Nacional: 27/11/2012

(57) Resumo: PROCESSO PARA FABRICAR SUSPENSÕES AQUOSAS COM ELEVADO TEOR DE SÓLIDOS, SUSPENSÃO AQUOSA COM ELEVADO TEOR DE SÓLIDOS, E, USO DA SUSPENSÃO AQUOSA COM ELEVADO TEOR DE SÓLIDOS. A presente invenção se refere a um processo de fabrico de suspensões aquosas com elevado teor de sólidos de materiais minerais compreendendo os estágios de proporcionar, pelo menos, um material mineral, prepara uma suspensão aquosa compreendendo pelo menos um material mineral, moer a suspensão aquosa resultante, centrifugar a suspensão aquosa moída e concentrar o produto centrifugado do estágio d) por resfriamento rápido; a suspensão aquosa com elevado teor de sólidos de materiais minerais obtida através deste processo, assim como o uso do mesmo.

“PROCESSO PARA FABRICAR SUSPENSÕES AQUOSAS COM ELEVADO TEOR DE SÓLIDOS, SUSPENSÃO AQUOSA COM ELEVADO TEOR DE SÓLIDOS, E, USO”

[0001] A presente invenção se refere a um processo de fabrico de suspensões com elevado teor de sólidos de materiais minerais, à suspensão aquosa com elevado teor de sólidos de materiais minerais obtida através deste processo, assim como ao uso de tais suspensões.

[0002] No método de fabrico de uma folha de papel, cartão ou produto análogo, um especialista na técnica tende, cada vez mais, a substituir parte das dispendiosas fibras celulósicas por matéria mineral mais barata, de modo a reduzir o custo do papel ao mesmo tempo que melhora as suas propriedades, tais como opacidade e/ou brilho.

[0003] Tais materiais minerais bem conhecidos compreendem, por exemplo, carbonato de cálcio natural, carbonato de cálcio sintético e cargas análogas variadas contendo carbonatos de cálcio, tais como dolomita ou cargas com base em carbonatos mistos; vários materiais, tal como talco ou análogos; mica, argila, dióxido de titânio, etc.

[0004] Por razões de aplicabilidade, custo de transporte, armazenamento e secagem, é especialmente útil produzir o material mineral na forma de suspensões com elevado teor de sólidos, *i. e.*, contendo apenas pouca água que, contudo, é geralmente apenas possível através da adição de uma elevada quantidade de agentes dispersantes ou auxiliares de moagem.

[0005] Assim, durante muito tempo, tem sido habitual utilizarem-se em um processo de moagem a úmido, como agentes dispersantes, polímeros hidrossolúveis com base em ácidos poliacrílicos parcialmente ou totalmente neutralizados ou os seus derivados (documentos EP0046573, EP0100947, EP0100948, EP0129329, EP0261039, EP0516656, EP0542643, EP0542644, EP0717051), para proporcionar suspensões minerais aquosas que reúnem os critérios desejados de refinamento e de baixa viscosidade. Estes agentes dispersantes, contudo, têm que ser utilizados em uma elevada quantidade, a

qual não é desejável não apenas do ponto de vista econômico, mas também desvantajosa relativamente à potencialidade do produto final de desenvolver difusão de luz visível, como requerido pelo usuário final na aplicação do papel.

[0006] Consequentemente, existem diversas abordagens na técnica anterior para proporcionar suspensões com elevado teor de sólidos de materiais minerais, em que a quantidade dos agentes dispersantes acima é diminuída e os inconvenientes mencionados são evitados ou reduzidos.

[0007] Por exemplo, os documentos WO 02/49766, EP0850685, WO 2008/010055, WO 2007/072168 descrevem processos para o fabrico de suspensões aquosas de material mineral refinado, com uma concentração de matéria seca que pode ser elevada, ao mesmo tempo que têm uma baixa viscosidade de Brookfield™ que permanece estável ao longo do tempo. A este respeito, é mencionado o uso de dispersantes específicos como copolímeros de ácido acrílico com ácido maleico, de uma taxa particular de neutralização ou o uso de compostos inorgânicos de flúor para serem colocados em suspensões aquosas das partículas minerais que resultam do estágio mecânico e/ou térmico de concentração, após um estágio de moagem a úmido a um baixo teor de sólidos, sem o uso de agente dispersante nem de auxiliar de moagem.

[0008] Além disso, o pedido não publicado de patente europeia N° 08172465 descreve o uso de polímeros orgânicos hidrossolúveis neutralizados com lítio atuando como aumentadores da capacidade de dispersão e/ou de moagem de modo a conseguir suspensões aquosas de material mineral com as propriedades requeridas, ao mesmo tempo que é minimizada a necessidade de dispersante e/ou de agente auxiliar de moagem sem diminuir as propriedades dos produtos finais, como as propriedades ópticas do papel.

[0009] Uma outra abordagem é mencionada nos documentos

EP0614948 ou EP0857763 que se referem a um processo para trituração em estado úmido de pigmentos alcalino-terrosos, em particular, mas não exclusivamente, pigmentos de carbonato de cálcio, através de preparação de uma suspensão aquosa de um composto alcalino-terroso em partículas, submetendo esta suspensão a moagem por fricção com um meio de moagem em partículas, sob condições de modo a produzir um produto que tem uma distribuição de tamanho de partícula, de modo que, pelo menos, 90% em peso das partículas têm um diâmetro esférico equivalente menor que 2 μm ; e permitindo que a água evapore da suspensão sob ação de calor contido na suspensão até a percentagem em peso de composto alcalino-terroso seco na suspensão ter aumentado para, pelo menos, 70% em peso, a uma concentração inicial de sólidos de 40 a 70% em peso. Pode ser retirado dos Exemplos que o uso de uma suspensão que tem um teor inicial de sólidos superior a 70% em peso não é adequada para o processo reivindicado utilizando 0,7% em peso. Assim, o documento EP0614948 descreve um processo para moagem de material mineral com um teor elevado de sólidos que indica claramente que este processo é apenas adequado para uma suspensão que tem um teor inicial de sólidos não superior a 70% em peso.

[00010] Assim, os processos conhecidos na técnica anterior ainda utilizam uma quantidade relativamente elevada de dispersante ou são apenas adequados para suspensões de materiais minerais que têm um teor relativamente baixo de sólidos e não sendo, assim, muito eficientes.

[00011] Consequentemente, é um objetivo da presente invenção proporcionar um processo de fabrico de suspensões aquosas com elevado teor de sólidos de material mineral, utilizando uma quantidade reduzida de dispersante e tendo uma baixa viscosidade de Brookfield.

[00012] Este objetivo é conseguido através de um processo de fabrico de suspensões aquosas com elevado teor de sólidos de um ou mais materiais minerais, compreendendo os estágios de:

- a) proporcionar, pelo menos, um material mineral,
- b) preparar uma suspensão aquosa compreendendo pelo menos um material mineral do estágio a),
- c) moer o material mineral da suspensão aquosa resultante do estágio b),
- d) concentrar a suspensão aquosa do material mineral moído do estágio c) através de resfriamento rápido.

[00013] Os materiais minerais adequados para uso no processo de acordo com a presente invenção são selecionados, de um modo preferido, do grupo compreendendo carbonato de cálcio natural (GCC), tais como mármore, greda, calcário; carbonato de cálcio precipitado (PCC), tais como PCC aragonítico, PCC vaterítico e/ou PCC calcítico, especialmente PCC prismático, romboédrico ou escalenoédrico; carbonato de cálcio de superfície modificada; dolomita; talco; bentonita; argila; magnesita; branco cetim; sepiolite, huntite, diatomita; silicatos; e misturas dos mesmos.

[00014] É preferido que de 40 a 85% em peso, de um modo preferido, de 45 a 80% em peso, de um modo mais preferido, de 50 a 75% em peso, de um modo muito preferido, de 60 a 70% em peso, *e. g.*, 65% em peso do, pelo menos, um material mineral em partículas proporcionado no estágio a) tenha um diâmetro esférico equivalente $<10\ \mu\text{m}$, medido por meio de um dispositivo Sedigraph 5100 da empresa Micromeritics, EUA, em uma solução aquosa de 0,1% em peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, em que as amostras foram dispersas utilizando um agitador de alta velocidade e ultrassom.

[00015] De acordo com o estágio b) do processo da presente invenção, é preparada uma suspensão aquosa a partir do material mineral proporcionado no estágio a).

[00016] Esta suspensão aquosa, antes de ser submetida ao estágio d), tem, de um modo preferido, um teor de sólidos de acima de 70 a 80% em peso, especialmente, de 72 a 79% em peso, de um modo mais preferido, de 74 a

78% em peso e, de um modo muito preferido, de 76 a 78% em peso com base no peso total da suspensão.

[00017] Subsequentemente, a suspensão aquosa de um ou mais materiais minerais é submetida a um estágio de moagem, o qual pode ser realizado em qualquer equipamento de moagem conhecido, com o qual os especialistas na técnica estão familiarizados para moagem de materiais minerais.

[00018] A este respeito, especialmente moinhos de fricção convencionais, tal como aqueles distribuídos pela empresa Dynomill são adequados, utilizando, de um modo preferido, esferas de moagem feitas de vidro, porcelana e/ou metal; de um modo especialmente preferido, contudo, são utilizadas esferas de moagem feitas de, *e. g.*, silicato de zircônio, dióxido de zircônio e/ou baddeleyita com um diâmetro de 0,2 a 5 mm, de um modo preferido, 0,2 a 2 mm, mas também 0,5 a 5 mm, *e. g.*, 1 a 2 mm. Pode também ser utilizada areia de quartzo que tem um diâmetro esférico equivalente de 0,1 a 2 mm.

[00019] Em uma forma de realização especial, pelo menos um agente dispersante que, de um modo preferido, também atua como um agente de desfloculação, é adicionado à suspensão aquosa do estágio b), em que o, pelo menos um, agente dispersante pode ser adicionado totalmente antes do estágio de moagem c) ou progressivamente antes e durante o estágio de moagem c) e, opcionalmente, também antes e durante e/ou após o estágio de moagem c).

[00020] As quantidades úteis de tais agentes dispersantes adicionadas à suspensão aquosa durante o estágio b), durante e após o estágio b), mas antes do estágio c), são de 0,01 a 1,25% em peso, de um modo preferido, de 0,01 a 0,1% em peso, de um modo mais preferido, de 0,02 a 0,07% em peso, de um modo muito preferido, de 0,03 a 0,05% em peso com base no peso seco do material mineral.

[00021] As quantidades preferidas de tais agentes de desfloculação adicionados adicionalmente durante o estágio c) são de 0,05 a 1% em peso, de

um modo mais preferido, de 0,1 a 0,7% em peso, de um modo ainda mais preferido, de 0,15 a 0,55, *e. g.*, 0,3% em peso com base no peso seco do material mineral.

[00022] A quantidade total do, pelo menos um, agente dispersante adicionado antes do estágio de moagem c), ou antes e durante o estágio c), ou antes e durante e/ou após o estágio de moagem c) é, de um modo preferido, de cerca de 0,01 a 1,25% em peso, de um modo mais preferido, 0,05 a 1% em peso, de um modo ainda mais preferido, 0,1 a 0,7% em peso, de um modo muito preferido, 0,3 a 0,5% em peso com base no peso seco do material mineral.

[00023] Noutra forma de realização preferida, o agente dispersante é adicionado em uma quantidade tal que, relativamente à área superficial específica, medida por BET, do material moído após o estágio c), está presente em uma quantidade abaixo de 0,15 mg/m², *e. g.*, 0,05 a 0,08 mg/m², se for adicionado antes do estágio de moagem c), e em uma quantidade de 0,05 mg/m² a 1,5 mg/m², *e. g.*, 0,5 a 0,8 mg/m², se for adicionado durante o estágio de moagem c).

[00024] Os agentes dispersantes que podem ser utilizados em relação ao estágio b) e c) podem ser aqueles selecionados do grupo compreendendo homopolímeros ou copolímeros de ácidos policarboxílicos, tais como ácidos acrílico ou metacrílico ou ácido maleico; e/ou os sais dos mesmos, *e. g.*, sais de ácidos parcialmente ou totalmente neutralizados com sódio, lítio, potássio, amônio, cálcio, magnésio, estrôncio e/ou alumínio ou as misturas dos mesmos, de um modo preferido, sódio, cálcio e magnésio; ou derivados desses ácidos, tais como ésteres com base, *e. g.*, em ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacônico, *e. g.*, acrilamida ou ésteres acrílicos, tal como metilmetacrilato, ou as misturas dos mesmos; polifosfatos alcalinos; ou as misturas dos mesmos.

[00025] O peso molecular PM de tais produtos é, de um modo preferido,

na faixa de 1.000 a 15.000 g/mol, de um modo mais preferido, na faixa de 3.000 a 7.000 g/mol, *e. g.*, 3.500 g/mol, de um modo muito preferido, na faixa de 4.000 a 6.000 g/mol, *e. g.*, 5.500 g/mol.

[00026] Em uma forma de realização preferida, antes, durante ou após o estágio c), mas antes do estágio d), pelo menos, um óxido e/ou hidróxido de alcalino-terroso, de um modo preferido, cal e/ou dolomita calcinada é adicionado à suspensão aquosa do estágio b), em que cal no contexto da presente invenção compreende óxido de cálcio e hidróxido de cálcio.

[00027] Apenas pequenas quantidades de óxido e/ou hidróxido alcalino-terroso são suficientes para serem utilizadas durante a moagem, tal como quantidades de cerca de 0,001 a 0,1% em peso, de um modo preferido, 0,005 a 0,07% em peso, de um modo mais preferido, 0,007 a 0,05% em peso, de um modo muito preferido, 0,01 a 0,03% em peso, *e. g.*, 0,02% em peso com base no peso seco do material mineral.

[00028] O estágio de moagem c) pode ser realizado uma ou várias vezes. Por exemplo, a suspensão aquosa pode ser parcialmente moída em um moedor, depois a suspensão do material mineral parcialmente moído pode ser alimentada a um segundo moedor para moagem adicional, etc., até ser obtido o tamanho de partícula desejado. O tamanho de partícula desejado pode ser também obtido em um estágio por ajuste do tempo de residência no moedor.

[00029] É possível moer o material mineral de modo que, de 20 a 70% em peso, de um modo preferido, de 36 a 68% em peso, de um modo mais preferido, desde 40 a 60% em peso, *e. g.*, 50% em peso do pelo menos um material mineral em partículas tenha um tamanho de partícula <2 µm após o estágio c).

[00030] Em uma forma de realização ainda mais preferida, o material mineral pode ser moído de modo que, de 10 a 90% em peso, de um modo preferido, de 20 a 80% em peso, de um modo mais preferido, de 36 a 75% em peso, especialmente de 40 a 70% em peso, de um modo muito preferido, de

50 a 65% em peso, *e. g.*, 55% em peso do pelo menos um material mineral em partículas tenha um tamanho de partícula $<1\ \mu\text{m}$ após o estágio c).

[00031] Além disso, a suspensão aquosa de material mineral moído pode também ser submetida a um estágio de separação após moagem, em que uma fração mais fina é separada de uma fração mais grossa, apenas como desejado dentro das faixas de diâmetro esférico equivalente mencionadas acima do material mineral.

[00032] A separação pode ocorrer através de técnicas bem conhecidas, tais como peneiramento, filtração ou centrifugação, em que para a maioria das aplicações a centrifugação será preferida, utilizando equipamento vulgarmente conhecido.

[00033] A este respeito, é também possível que a fração grossa separada seja recirculada em qualquer de um a vários moedores do estágio c).

[00034] Subsequentemente, no estágio d), a suspensão aquosa do material mineral moído e, opcionalmente, separada, é concentrada por resfriamento rápido. O resfriamento rápido, no contexto da presente invenção, é realizado de forma a deixar a água evaporar da suspensão aquosa sob ação do calor contido na suspensão.

[00035] Isto pode ocorrer através do calor que foi gerado na suspensão como resultado direto da moagem. Por exemplo, durante o estágio de moagem a temperatura da suspensão pode aumentar até ao ponto de ebulição da fase aquosa da suspensão e a evaporação da água ocorre naturalmente sob a ação do calor contido na suspensão. A este respeito, a temperatura gerada por moagem pode também ser abaixo do ponto de ebulição da água contida na suspensão. O calor contido na suspensão como resultado da energia dissipada na suspensão durante a moagem pode ser suficiente para aumentar a percentagem em peso de composto de metal alcalino-terroso seco na suspensão, para a faixa de 79 a 85% em peso como mencionado abaixo.

[00036] Alternativa ou adicionalmente, a suspensão pode ser aquecida

por um meio de aquecimento, tal como um permutador de calor a uma temperatura na faixa de 50°C ao ponto de ebulição da suspensão, de um modo preferido, na faixa de 60 a 90°C, de um modo mais preferido, de 70 a 85°C, *e. g.*, de 81 a 83°C.

[00037] Por exemplo, o calor pode ser fornecido à suspensão por passagem da suspensão através de um lado de um permutador de calor sem contacto para o outro lado no qual passa um fluido quente, de um modo preferido, a uma temperatura na faixa de 50 a 100°C.

[00038] Basicamente, os sistemas conhecidos de resfriamento rápido consistem em uma câmara (vácuo), na qual a suspensão é alimentada. Dependendo da temperatura e do vácuo, a água na suspensão irá evaporar. A evaporação resulta em um aumento do teor de sólidos. O resfriamento ocorrerá simultaneamente.

[00039] A este respeito, a temperatura da suspensão aquosa na entrada do moedor pode estar de 20 a 80°C, de um modo preferido, de 20-50°C e na saída do moedor, de um modo preferido, de 80 a 105°C.

[00040] Assim, a temperatura da suspensão aquosa na entrada do resfriador rápido pode ser de 70 a 105°C, *e. g.*, 95°C e na saída do resfriador rápido menor que 60 a 30°C, *e. g.*, 35°C.

[00041] Vantajosamente, a suspensão aquosa é exposta à pressão reduzida, de um modo preferido, a uma pressão de 200 a 500 mbar, de um modo mais preferido, de 250 a 400 mbar, de um modo muito preferido, uma pressão de 288 a 360 mbar, *e. g.*, de 300 a 350 mbar.

[00042] O teor final de sólidos da suspensão aquosa obtida após o estágio d) é, de um modo preferido, de 79 a 85% em peso, especialmente de 79,5 a 84% em peso, de um modo mais preferido, de 80 a 83% em peso, *e. g.*, 82% em peso.

[00043] Relativamente ao teor inicial de sólidos do estágio b), é assim preferido que o teor final de sólidos da suspensão aquosa após o estágio d)

seja, pelo menos, 1% em peso, de um modo preferido, pelo menos, 2% em peso, de um modo mais preferido, pelo menos, 3% em peso mais alto do que o teor inicial de sólidos da suspensão aquosa obtida no estágio b).

[00044] Em uma forma de realização especialmente preferida, o teor inicial de sólidos de uma suspensão aquosa de um material mineral de 76 a 78% em peso é aumentado para 80 a 81% em peso através do processo da presente invenção, em que o material mineral é, de um modo preferido, triturado de modo que, enquanto que inicialmente 66% em peso do material mineral em partículas tem um diâmetro esférico equivalente $<10\ \mu\text{m}$, 36 a 65% em peso do material mineral final produzido de acordo com o processo da presente invenção tem um diâmetro esférico equivalente $<2\ \mu\text{m}$ e, ainda, de um modo preferido, $<1\ \mu\text{m}$.

[00045] Além disso, em uma forma de realização especialmente preferida, a viscosidade de Brookfield da suspensão aquosa final após o estágio d) medida a 23°C após 1 minuto de agitação através do uso de um viscosímetro Brookfield™ modelo RVT à temperatura ambiente e uma velocidade de rotação de 100 rpm com uma haste apropriada é de 50 a 1.000 mPa·s, de um modo preferido, 100 a 750 mPa·s, de um modo mais preferido, de 150 a 600 mPa·s, de um modo muito preferido, de 200 a 460 mPa·s, e, g., 300 mPa·s.

[00046] Um segundo aspecto da presente invenção é a provisão de uma suspensão aquosa com elevado teor de sólidos de um ou mais materiais minerais obtidos através do processo como acima descrito.

[00047] A este respeito, uma suspensão aquosa com elevado teor de sólidos do material mineral obtido através do processo da presente invenção tem especialmente, de um modo preferido, um teor de sólidos de 80 a 81% em peso, em que 36 a 65% em peso do material mineral têm um diâmetro esférico equivalente $<2\ \mu\text{m}$, e, ainda, de um modo preferido, $<1\ \mu\text{m}$.

[00048] Além disso, um terceiro aspecto da presente invenção é o uso da

suspensão aquosa com elevado teor de sólidos de materiais minerais, obtida através do processo como acima descrito, em papel, cores de revestimento de papel, tintas e plásticos.

[00049] Os seguintes exemplos e experiências servem para ilustrar a presente invenção e não devem, de modo algum, restringir a mesma.

EXEMPLOS:

Exemplo 1:

[00050] Carbonato de cálcio moído natural (calcário de Orgon, França), 66% em peso do qual tem um diâmetro esférico equivalente $<10\ \mu\text{m}$, foi suspenso em água conjuntamente com 0,07% em peso, com base no peso seco de carbonato de cálcio, de um poliacrilato de sódio de $\text{PM} = 3.500\ \text{g/mol}$ até ser alcançado um teor de sólidos de 76% em peso, com base no peso total da suspensão.

[00051] A suspensão aquosa resultante foi moída em um moinho vertical cilíndrico de moagem a úmido com volume de $7\ \text{m}^3$, utilizando 15 tons (15.241 kg) de meio de moagem de dióxido de zircão que tem um diâmetro médio de cerca de 1-2 mm, utilizando dispersante adicional (poliacrilato de $\text{PM} = 5.500\ \text{g/mol}$, em que 70% em mole dos grupos carboxílicos são neutralizados por sódio e 30% em mole de cálcio) em uma quantidade de 0,15% em peso, com base no peso seco do carbonato de cálcio, até 62% em peso das partículas de carbonato de cálcio terem um diâmetro esférico equivalente $<2\ \mu\text{m}$ e de 36% em peso $<1\ \mu\text{m}$, respectivamente. A área superficial específica do carbonato de cálcio seco, medida por BET, foi $7,1\ \text{m}^2/\text{g}$.

[00052] Subsequentemente, a suspensão moída de carbonato de cálcio foi centrifugada continuamente em uma centrifugadora contínua convencional a uma velocidade de 1200 rpm.

[00053] A suspensão aquosa centrifugada que tem um teor de sólidos de 76% em peso foi alimentada em um resfriador rápido de funcionamento

contínuo. A velocidade de alimentação foi ajustada para atingir aproximadamente 80% em peso de sólidos da suspensão na saída e concentrada nas seguintes condições:

- Pressão no topo do resfriador rápido: 288 mbar
- Pressão no fundo do resfriador rápido: 350 mbar
- Temperatura à entrada do resfriador rápido: 83°C
- Temperatura à saída do resfriador rápido: 39°C

[00054] O teor final de sólidos após o estágio de concentração foi determinado como sendo 80% em peso, por secagem de 20 g da suspensão em uma estufa a 110°C até peso constante $\pm 0,1\%$ em peso.

[00055] A viscosidade de Brookfield da suspensão aquosa final medida após 1 minuto de agitação através do uso de um viscosímetro de Brookfield™ modelo de RVT, à temperatura ambiente e uma velocidade de rotação de 100 rpm com uma haste N° 3 à saída do resfriador rápido, foi 150 mPa·s; 153 mPa·s após 24 horas e 162 mPa·s após 3 dias.

Exemplo 2:

[00056] Carbonato de cálcio moído natural (calcário de Orgon, França), 66% em peso do qual tem um diâmetro esférico equivalente $< 10 \mu\text{m}$, foi suspenso em água conjuntamente com 0,07% em peso, com base no peso seco de carbonato de cálcio, de um poliacrilato de sódio de $\text{PM} = 3.500 \text{ g/mol}$ até ser alcançado um teor de sólidos de 78% em peso, com base no peso total da suspensão.

[00057] A suspensão aquosa resultante foi moída em um moinho vertical cilíndrico de moagem a úmido com volume de 7 m^3 , utilizando 15 tons (15.241 kg) de meio de moagem de dióxido de zircão que tem um diâmetro médio de cerca de 1-2 mm, utilizando dispersante adicional (poliacrilato de $\text{PM} = 5.500 \text{ g/mol}$, em que 70% em mole dos grupos carboxílicos são neutralizados por sódio e 30% em mole de cálcio) em uma quantidade de 0,15% em peso, com base no peso seco do carbonato de cálcio. Depois, uma

segunda passagem de moagem foi realizada em um moinho cilíndrico vertical de moagem a úmido com volume de 7 m³, utilizando 15 tons (15.241 kg) de meio de moagem do dióxido de zircão que tem um diâmetro médio de cerca de 0,7-1,5 mm, utilizando dispersante adicional (poliacrilato de PM = 5.500 g/mol, em que 50% em mole dos grupos carboxílicos são neutralizados por sódio, e 50% em mole por magnésio) em uma quantidade de 0,55% em peso, com base no peso seco de carbonato de cálcio, e 0,02% em peso com base no peso seco de carbonato de cálcio de cal (>97% em peso de Ca(OH)₂), até 65% em peso das partículas de carbonato de cálcio terem um diâmetro esférico equivalente <1 µm. A área superficial específica do carbonato de cálcio seco, medida por BET, foi 12,5 m²/g.

[00058] Subsequentemente, a suspensão moída de carbonato de cálcio foi centrifugada continuamente em uma centrifugadora contínua convencional a uma velocidade de 1300 rpm.

[00059] A suspensão aquosa centrifugada tendo um teor de sólidos de 78% em peso foi alimentada em um resfriador rápido de funcionamento contínuo. A velocidade de alimentação foi ajustada para atingir, aproximadamente, 80% em peso de sólidos da suspensão na saída e concentrada nas seguintes condições:

- Pressão no topo do resfriador rápido: 300 mbar
- Pressão no fundo do resfriador rápido: 360 mbar
- Temperatura à entrada do resfriador rápido: 81°C
- Temperatura à saída do resfriador rápido: 36°C

[00060] O teor final de sólidos após o estágio de concentração foi determinado como sendo 80% em peso, por secagem de 20 g da suspensão em uma estufa a 110°C até peso constante $\pm 0,1\%$ em peso.

[00061] A viscosidade de Brookfield da suspensão aquosa final medida após 1 minuto de agitação através do uso de um viscosímetro de Brookfield™ modelo de RVT, à temperatura ambiente e uma velocidade de rotação de 100

rpm com uma haste Nº 3 à saída do resfriador rápido, foi 460 mPa·s; e 575 mPa·s após 6 dias.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para fabricar suspensões aquosas com elevado teor de sólidos de um ou mais materiais minerais, compreendendo os estágios de:

- a) proporcionar, pelo menos, um material mineral,
- b) preparar uma suspensão aquosa compreendendo pelo menos um material mineral do estágio a)
- c) moer o material mineral da suspensão aquosa resultante do estágio b),
- d) concentrar a suspensão aquosa de material mineral moído do estágio c) através de resfriamento rápido,

caracterizado pelo fato de

pelo menos, um agente dispersante ser adicionado à suspensão aquosa do estágio b), em que o, pelo menos um, agente dispersante é adicionado totalmente antes do estágio de moagem c), ou progressivamente antes e durante o estágio de moagem c), ou antes e durante e/ou após o estágio de moagem c), e que pelo menos um, agente dispersante é selecionado independentemente do grupo compreendendo homopolímeros ou copolímeros de ácidos policarboxílicos, tais como ácidos acrílico, metacrílico ou ácido maleico; e/ou os sais dos mesmos, por exemplo, sais de ácidos parcialmente ou totalmente neutralizados com sódio, lítio, potássio, amônio, cálcio, magnésio, estrôncio e/ou alumínio ou as misturas dos mesmos, de um modo preferido, sódio, cálcio e magnésio; ou derivados de tais ácidos, tal como ésteres com base em, por exemplo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido itacônico, por exemplo, acrilamida ou ésteres acrílicos, tal como metilmetacrilato ou as misturas dos mesmos; polifosfatos alcalinos; ou as misturas dos mesmos, e que

o teor final de sólidos da suspensão aquosa obtida após o estágio d) é de 80 a 85 % em peso.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado

pelo fato de o pelo menos um material mineral ser selecionado do grupo compreendendo carbonato de cálcio natural (GCC), tais como mármore, greda, calcário; carbonato de cálcio precipitado (PCC), tais como PCC aragonítico, PCC vaterítico e/ou PCC calcítico, especialmente PCC prismático, romboédrico ou escalenoédrico; carbonato de cálcio de superfície modificada; dolomita; talco; bentonita; argila; magnesita; branco cetim; sepiolite, huntite, diatomita; silicatos; e misturas dos mesmos.

3. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 2, caracterizado pelo fato de 40 a 85% em peso, de um modo preferido, de 45 a 80% em peso, de um modo mais preferido, de 50 a 75% em peso, de um modo muito preferido, de 60 a 70% em peso do pelo menos um material mineral em partículas no estágio a) ter um diâmetro esférico equivalente $<10\ \mu\text{m}$.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de a suspensão aquosa, antes do estágio d), ter um teor de sólidos de acima de 70 a 80% em peso, de um modo preferido, de 72 a 79% em peso, de um modo mais preferido, de 74 a 78% em peso, de um modo muito preferido, de 76 a 78% em peso, com base no peso total da suspensão.

5. Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo fato de que a quantidade do pelo menos um agente dispersante adicionado antes do estágio c) de moagem, ou antes e durante o estágio c) de moagem, ou antes e durante e/ou após o estágio c) de moagem, é de 0,01 a 1,25 em peso, preferivelmente 0,05 a 1 % em peso, mais preferivelmente 0,1 a 0,7 em peso, mais preferivelmente 0,3 a 0,5 % em peso com base no peso seco do material mineral.

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de o peso molecular PM do, pelo menos um, agente dispersante ser na faixa de 1.000 a 15.000 g/mol, de um modo

preferido, na faixa de 3.000 a 7.000 g/mol, de um modo muito preferido, na faixa de 4.000 a 6.000 g/mol.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de antes, durante, ou após o estágio c), mas antes do estágio d), pelo menos um óxido e/ou hidróxido de alcalino-terroso, de um modo preferido, cal e/ou dolomita calcinada serem adicionados à suspensão aquosa do estágio b).

8. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de o óxido e/ou hidróxido de alcalino-terroso ser adicionado em uma quantidade de 0,001 a 0,1% em peso, de um modo preferido, 0,005 a 0,07% em peso, de um modo mais preferido, 0,007 a 0,05% em peso, de um modo muito preferido, 0,01 a 0,03% em peso, com base no peso seco do material mineral.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de o estágio c) ser realizado várias vezes.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de 20 a 70% em peso, de um modo preferido, de 36 a 68% em peso, de um modo mais preferido, de 40 a 60% em peso do pelo menos um material mineral em partículas ter um tamanho de partícula $<2\ \mu\text{m}$ após o estágio c).

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de 10 a 90% em peso, de um modo preferido, de 20 a 80% em peso, de um modo mais preferido, de 36 a 75% em peso, especialmente de 40 a 70% em peso, de um modo muito preferido, de 50 a 65% em peso do pelo menos um material mineral em partículas ter um tamanho de partícula $<1\ \mu\text{m}$ após o estágio c).

12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de após o estágio de moagem c), a suspensão aquosa de material mineral moído ser submetida a um estágio de

separação, por exemplo, por meio de peneiramento, filtração ou centrifugação.

13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de no estágio d), ser fornecido calor permitindo que a água evapore da suspensão aquosa, em que este calor é gerado através do estágio de moagem anterior c) ou é fornecido externamente.

14. Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de a temperatura da suspensão aquosa na entrada do resfriador rápido ser de 70 a 105°C, e na saída do resfriador rápido menor que 60 a 30°C.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de no estágio d) a suspensão aquosa ser exposta à pressão reduzida, de um modo preferido, a uma pressão de 200 a 500 mbar, de um modo mais preferido, de 250 a 400 mbar, de um modo muito preferido, uma pressão de 288 a 360 mbar.

16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado por o teor final de sólidos da suspensão aquosa obtida após o estágio d) ser de 82 a 84% em peso.

17. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de o teor final de sólidos da suspensão aquosa após o estágio d) ser pelo menos 1% em peso, de um modo preferido, pelo menos 2% em peso, de um modo mais preferido, pelo menos 3% em peso mais alto do que o teor inicial de sólidos da suspensão aquosa obtida no estágio b).

18. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado por a viscosidade de Brookfield medida a 23°C após 1 minuto de agitação a 100 rpm da suspensão aquosa final após o estágio d), ser de 50 a 1.000 mPa·s, de um modo preferido, 100 a 750 mPa·s, de um modo mais preferido, de 150 a 600 mPa·s, de um modo muito preferido, de

200 a 460 mPa·s.

19. Suspensão aquosa com elevado teor de sólidos de um ou mais materiais minerais, caracterizada pelo fato de ser obtida através do processo como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 18, em que o teor final de sólidos da suspensão aquosa obtida após o estágio d) é de 83 a 85 % em peso.

20. Uso da suspensão aquosa com elevado teor de sólidos de materiais minerais obtida através do processo como definido em qualquer uma das reivindicações 1 a 18, caracterizado pelo fato de ser em papel, cores de revestimento de papel, tintas e plásticos, em que o teor final de sólidos da suspensão aquosa obtida após o estágio d) é de 83 a 85 % em peso.