



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0620786-3 A2**

(22) Data de Depósito: 19/12/2006
(43) Data da Publicação: 22/11/2011
(RPI 2133)



(51) *Int.Cl.:*

C09C 1/02
C09C 3/04
B02C 23/06
D21H 19/38
D21H 17/67
C01F 11/18

(54) Título: UTILIZAÇÕES DE UM AGENTE DE CO-TRITURAÇÃO E DE SUSPENSÕES AQUOSAS E DE PIGMENTOS SECOS DE GCC E DE PCC CO-TRITURADOS E SUSPENSÕES AQUOSAS E PIGMENTOS SECOS DE GCC E DE PCC CO-TRITURADOS

(30) Prioridade Unionista: 30/12/2005 FR 05 13504

(73) Titular(es): Coatex S.A.S.

(72) Inventor(es): Christian Jacquemet, Jacques Mongoin

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & CIA.

(86) Pedido Internacional: PCT IB2006003806 de 19/12/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/077484de
12/07/2007

(57) Resumo: UTILIZAÇÕES DE UM AGENTE DE CO-TRITURAÇÃO E DE SUSPENSÕES AQUOSAS E DE PIGMENTOS SECOS DE GCC E DE PCC CO-TRITURADOS E SUSPENSÕES AQUOSAS E PIGMENTOS SECOS DE GCC E DE PCC CO-TRITURADOS A invenção consiste na utilização, em um processo de fabricação de GCC e de PCC co-triturados em água, de um agente de co- trituração caracterizado pelo fato de que: a) ele é constituído de pelo menos um homopolímero e/ou de um copolímero do ácido acrílico, parcialmente neutralizado, cuja taxa de neutralização molar é inferior a 75% da totalidade das funções ácidas, b) e em que ele é introduzido : durante a etapa de preparação das suspensões aquosas de GCC e de PCC, e/ou durante a etapa de co-trituração, e eventualmente entre a etapa de co-trituração e uma outra etapa de concentração, e eventualmente durante esta outra etapa de concentração. A invenção reside também nas suspensões aquosas de GCC e de PCC e os pigmentos secos de GCC e de PCC resultantes, e na utilização destes produtos em papel, tinta, borracha e plástico.

"UTILIZAÇÕES DE UM AGENTE DE CO-TRITURAÇÃO E DE SUSPENSÕES AQUOSAS E DE PIGMENTOS SECOS DE GCC E DE PCC CO-TRITURADOS E SUSPENSÕES AQUOSAS E PIGMENTOS SECOS DE GCC E DE PCC CO-TRITURADOS"

5 O domínio técnico da invenção é constituído pelos processos de fabricação de carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados na água.

De modo mais particular, este domínio é constituído pelos agentes de co-trituração que são empregados durante tais processos de co-trituração na água de carbonatos de cálcio natural e precipitado.

Um primeiro objeto da invenção consiste na utilização, em um processo de fabricação de carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados, compreendendo as etapas de :

1. preparação

15 (a) de uma suspensão aquosa de carbonato de cálcio natural, compreendendo eventualmente pelo menos um agente dispersante e/ou pelo menos um agente auxiliar da trituração,

(b) e de uma suspensão aquosa de carbonato de cálcio precipitado, compreendendo eventualmente pelo menos um agente dispersante,

20 2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de carbonatos de cálcio natural e precipitado, tais como preparadas durante a etapa 1),

3. eventualmente concentração da suspensão aquosa dos carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados, tal como obtidos após a etapa 2),

25 4. eventualmente secagem da suspensão aquosa de carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados, tal como obtidos após a etapa 2) ou 3),

de um agente de co-trituração, caracterizado em que :

a) ele é constituído de pelo menos um homopolímero e/ou de pelo menos um copolímero do ácido acrílico, parcialmente neutralizado, e cuja taxa de neutralização molar das funções ácidas é inferior a 75% da
5 totalidade das funções ácidas,

b) e em que ele é introduzido :

- entre a etapa 1) e a etapa 2) na suspensão aquosa de carbonato de cálcio natural preparada na etapa 1a) e/ou na suspensão aquosa de carbonato de cálcio precipitado preparada na etapa 1b) e/ou na mistura
10 destas duas suspensões,

- e/ou durante a etapa 2) de co-trituração,

- e eventualmente entre a etapa 2) e a etapa 3),

- e eventualmente durante a etapa 3).

Um segundo objeto da invenção reside em suspensões aquosas
15 de carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados, obtidos pela operação de co-trituração da suspensão aquosa de carbonato de cálcio natural e da suspensão aquosa de carbonato de cálcio precipitado, e que podem também ser obtidos após a etapa eventual de concentração da suspensão aquosa resultante da etapa de co- trituração.

20 Um terceiro objeto da invenção reside em pigmentos secos de carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados depois resultante de operação de secagem.

Um quarto objeto da invenção reside em utilização das suspensões aquosas de carbonatos de cálcio natural e precipitado co-
25 triturados, em domínio do papel, e notadamente no revestimento de papel e na fabricação da folha de papel, e da tinta.

Um último objeto da invenção reside em utilização de pigmentos secos de carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados depois secados, em domínio do papel, e notadamente no revestimento de

papel e na fabricação da folha de papel, da tinta, dos plásticos e dos borrachas.

Em todo o presente pedido, o requerente indica que um agente dispersante é utilizado em um processo de dispersão de materiais minerais que não intervém na diminuição de tamanhos dos referidos materiais minerais, quando um agente de trituração (ou de co-trituração) é utilizado em um processo de trituração (ou de co-trituração) que faz intervir uma redução do tamanho dos referidos materiais minerais.

Fala-se de co-trituração (e de agente de co-trituração) quando o processo de trituração emprega pelo menos dois materiais minerais de naturezas diferentes, em oposição a um processo de trituração que consiste em triturar um único material mineral.

O carbonato de cálcio é utilizado há vários anos nos domínios do papel, do plástico, da borracha ou da tinta. Ele é ou de origem natural e em seguida triturado e trata-se então de carbonato de cálcio natural triturado ou de GCC de acordo com a expressão em inglês "ground calcium carbonate", seja de origem sintética e trata-se de carbonato de cálcio precipitado ou de PCC de acordo com a expressão em inglês "precipitated calcium carbonate".

Há vários anos, existe uma demanda para fornecer o carbonato de cálcio sob forma de uma suspensão aquosa, contendo tanto carbonato de cálcio natural como precipitado. Esta demanda existe notadamente nos setores de fabricação de papel, porque a presença conjunta de GCC e de PCC nas composições de revestimentos formuladas a partir de suspensões aquosas de carbonatos de cálcio, permite ao fabricante de papel regular precisamente algumas das propriedades finais da folha de papel.

Assim, os documentos "PCC or GCC, factors determining calcium carbonate choice in alkaline conversion" (published following the November 1995 28* Pulp and Paper Annual Meeting), "GCC vs. PCC as the primary filler for uncoated and coated wood- free paper" (Tappi Journal 2000,

83(5), pp 76) ou ainda "Chalk : a calcium carbonate for the high-filled sheet" (TAPPI Proceedings, April 5-8 1992, Papermakers Conference, Book 2, Opryland Hotel, Nashville TN, TAPPI Press, pp. 515-520), mencionam a utilização de suspensões aquosas de carbonatos de cálcio natural e precipitado para formular as composições de revestimentos de papel. No documento "Coating structure with calcium carbonate pigments and its influence on paper and print gloss" (Pulp & Paper Canada, 2004, 105(9), pp. 43-46), a influência de diferentes misturas de GCC e de PCC sobre as propriedades de brilho e de imprimabilidade de uma folha de papel revestida pelas composições de revestimento contendo as referidas misturas é mesmo discutida. Em vista de fabricar tais suspensões aquosas de GCC e de PCC, o versado na arte conhece um determinado número de documentos que descrevem simples misturas entre uma suspensão aquosa de carbonato de cálcio natural e uma suspensão aquosa de carbonato de cálcio precipitado.

Assim, o documento WO 2004/016 566 descreve um método para preparar uma composição pigmentar que consiste em misturar na água um PCC tendo um diâmetro de partículas (em peso) inferior a $1,6\ \mu\text{m}$ e um GCC tendo um diâmetro de partículas (em peso) inferior a $0,8\ \mu\text{m}$, em uma relação em massa GCC : PCC indo de 3 : 2 a 1 : 9. Por outro lado,, é indicado que um agente dispersante com base de poliacrilato de sódio pode ser utilizado na preparação das suspensões aquosas iniciais de GCC e de PCC ([0018] e [0019]). Uma tal composição pigmentar é em seguida utilizada na fabricação de composições de revestimento que permitem revestir folhas de papel das quais as propriedades de brilho e de opacidade são melhoradas.

O versado na técnica conhece também o documento DE 4 128 570 cujo objeto consiste em uma carga carbonatada, utilizável tão bem nas composições de revestimento como na carga em massa, e conduzindo a propriedades de brancura e de opacidade melhoradas. Esta carga carbonatada é caracterizada em que as partículas que a constituem têm uma forma

redonda ou romboédrica, em que ela apresenta um fator de distribuição de tamanhos granulométricas (relação dos diâmetros médios tais como 50% e 20% em peso das partículas possuindo um diâmetro inferior a este diâmetro médio) compreendido entre 1,1 e 1,4, em que ela apresenta uma relação R (% em peso de partículas cuja diâmetro é inferior a 1 μm /% em peso de partículas cuja diâmetro é inferior a 0,2 μm) compreendido entre 8 e 19, e em que ela possui um diâmetro médio compreendido entre 0,4 e 1,5 μm . Esta carga é à base de carbonato de cálcio natural e/ou precipitado, eventualmente sob a forma de uma suspensão aquosa podendo conter um agente dispersante à base de poliacrilato de sódio (como indicado na coluna 6, linhas 52-55).

O versado na técnica conhece também o documento WO 2004/059 079 que descreve uma composição pigmentar, utilizável para a fabricação de composições de revestimento para papel, e que compreende um GCC e um PCC que apresentam, todos os dois um fator de distribuição ($100 \times d_{30}/d_{70}$, onde d_x designa o diâmetro médio tal que x% em peso das partículas têm um diâmetro inferior a este diâmetro médio). Esta composição resulta da mistura dos dois carbonatos de cálcio de origem diferente em meio aquoso, a suspensão aquosa de materiais minerais resultante podendo conter um agente dispersante; o referido agente dispersante é selecionado dentre os sais de poliacrilato (tal como um sal de sódio ou de alumínio), um hexametáfosfato de sódio, um composto poliálcool não iônico, o ácido fosfórico, os tensoativos não iônicos, ou as alcanolaminas.

Por fim, o versado na técnica conhece o documento EP 1 347 835 que descreve a utilização de homopolímeros ou de copolímeros do ácido acrílico como agente dispersante ou agente de trituração de materiais minerais, os referidos homopolímeros ou copolímeros tendo uma porcentagem molar dos sítios ácidos ativos não neutralizados compreendida entre 10% e 60% e sítios ácidos ativos neutralizados por pelo menos um agente de neutralização pelo menos bifuncional, compreendido entre 10% e

80%, o complemento a 100% dos sítios ácidos ativos do polímero sendo neutralizado dos agentes de neutralização monofuncionais. Este documento só descreve triturações de GCC ou dispersões de PCC : não ensina portanto nada para o versado na arte sobre os processos de co-trituração de GCC e de PCC.

5 Por outro lado, ele tende a resolver um problema técnico muito afastado do objeto do presente pedido : trata-se, com efeito, de diminuir a quantidade de agente de trituração ou de agente dispersante não adsorvido nas superfícies de partículas minerais em suspensão aquosa, o que prejudica as propriedades de imprimabilidade do papel fabricado a partir de tais suspensões.

10 Assim, nenhum destes 4 documentos revela um processo de fabricação de carbonatos de cálcio natural e precipitado por co-trituração. Além disso, estes 4 documentos apenas ensinam a utilização de dispersantes bem conhecidos do versado na técnica e descritos de modo muito geral, em um processo de simples mistura entre uma suspensão aquosa de GCC e uma
15 suspensão aquosa de PCC.

Tendo em vista fabricar suspensões aquosas de GCC e de PCC, o versado na técnica conhece também um certo número de documentos que descrevem uma operação de co- trituração de carbonato de cálcio natural e de carbonato de cálcio precipitado.

20 Conhece-se, notadamente, o pedido de patente européia não publicado no. 05 077 111 cuja problema técnico reside no fornecimento de uma suspensão aquosa de GCC e de PCC, tendo em vista melhorar o brilho de papéis revestidos por composições de revestimento contendo as referidas suspensões. Este documento descreve um processo de co- trituração de GCC e
25 de PCC, conduzindo a uma suspensão aquosa de carbonatos de cálcio natural e precipitado da qual pelo menos 80% em peso das partículas possuem um diâmetro médio inferior a 1 μm e da qual a superfície específica BET é inferior a 25 m^2/g .

Conhece-se também o pedido de patente européia não

publicado no. 05 077 113 cujo processo que descreve permite melhorar o rendimento energético na fabricação de uma suspensão aquosa de GCC e de PCC. Este processo repousa notadamente sobre uma etapa de co-trituração de GCC e de PCC, para conduzir a uma suspensão aquosa de carbonatos de cálcio natural e precipitado, apresentando um fator de distribuição ($100 \times d_{30}/d_{70}$, tal como definido previamente) pelo menos igual a 30.

Conhece-se igualmente o pedido de patente européia não publicado no. 05 077 112 descrevendo um processo de trituração que, por utilização de corpos triturantes particulares com base em esferas de óxido de zircônio estabilizadas pelo óxido de cálcio, permite triturar materiais minerais em condições de pH, de temperatura e de pressão elevados. Este pedido de patente indica que os materiais minerais em questão podem ser carbonato de cálcio natural e precipitado que são então co-triturados.

Estes 3 documentos revelam que um agente dispersante e/ou um agente de auxiliar da trituração pode ser empregado durante ou após a etapa de co-trituração, em uma quantidade pelo menos igual a 2% em peso seco de agente em relação ao peso seco de materiais minerais. Na ocorrência, nada é indicado nem sugerido sobre a natureza química do referido agente.

Ora, o versado na arte que deseja um processo de fabricação de uma suspensão aquosa de carbonatos de cálcio natural e precipitado empregando uma etapa de co-trituração de GCC e de PCC, se defronta com o triplo problema técnico seguinte:

- ele procura aumentar o extrato seco da suspensão aquosa obtida após co- trituração, isto é, a porcentagem em peso seco de material mineral em relação ao peso total da suspensão por razões econômicas: mais este extrato seco é elevado, mais a quantidade de carbonato de cálcio fornecido ao cliente final é grande; este extrato seco deve ser superior a 70%, preferivelmente superior a 72%, e muito preferivelmente superior a 74%;

- ele procura obter uma suspensão aquosa de material mineral

após a etapa de co-trituração estável no tempo e isto, por questões de estabilidade da referida suspensão ao armazenamento; isto se traduz por uma viscosidade Brookfield™ medida após a etapa de co-trituração (a 25°C e a 10 rpm) inferior a 5 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 3 000 mPa.s, muito preferivelmente inferior a 2 000 mPa.s, e uma viscosidade Brookfield™ medida 8 dias após a etapa de co-trituração e após agitação (a 25°C e a 10 rpm) inferior a 50 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 30 000 mPa.s, muito preferivelmente inferior a 20 000 mPa.s;

- ele procura, por fim, obter partículas de carbonatos de cálcio as mais finas possíveis, porque esta finura melhora geralmente algumas propriedades ópticas da folha de papel revestida, tal como o brilho; ele visa a obter partículas de carbonato de cálcio cuja diâmetro mediano é inferior 0,7 µm, preferivelmente inferior a 0,5 µm, muito preferivelmente inferior a 0,3 µm.

Nesta óptica, nenhum dos documentos do estado da técnica citados até agora pelo requerente ensina nem sugere uma solução, porque eles visam, todos, a resolver problemas técnicos diferentes. Além disso, o ensinamento que o versado na técnica pode tirar destes documentos ao nível dos agentes auxiliares da trituração permanece muito geral, e não revela em nada a utilização particular de pelo menos um homopolímero e/ou de pelo menos um copolímero do ácido acrílico, parcialmente neutralizado, e cuja taxa de neutralização molar das funções ácidas é inferior a 75% da totalidade das funções ácidas.

Por fim, o requerente conhece o documento EP 0 850 880 que descreve um processo de fabricação de suspensões aquosas de carbonato de cálcio, apresentando um extrato seco elevado, assim como uma boa estabilidade. O problema técnico real resolvido por este documento é de fato evitar (tal como reconhecido pelos autores, página 3, linhas 33-47) os problemas ligados ao emprego de carbonato de cálcio natural inicialmente

triturado em suspensão aquosa, e em seguida misturados com carbonato de cálcio precipitado em uma suspensão aquosa : a referida suspensão apresentaria, então, uma viscosidade muito elevada. A solução proposta neste documento é um processo consistindo em misturar uma suspensão aquosa de PCC contendo um agente redutor de viscosidade com uma suspensão aquosa de GCC triturado a seco, com adição de um agente redutor de viscosidade, e em triturar finalmente a suspensão obtida. A leitura dos exemplos neste documento demonstra que as partículas minerais de carbonato de cálcio, provenientes da etapa de co-trituração, são partículas muito grosseiras com relação às obtidas na presente invenção : seu diâmetro mediano está compreendido entre 0,85 e 2,2 μm . Ora, o versado na técnica, que procura aqui obter partículas de carbonato de cálcio com um diâmetro médio inferior 0,7 μm , preferivelmente inferior a 0,5 μm , muito preferivelmente inferior a 0,3 μm , sabe que uma tal redução de tamanho das partículas minerais teria por efeito aumentar consideravelmente a viscosidade das suspensões obtidas se se desejar manter seu extrato seco a um grau constante ou, inversamente, obrigaria ao técnico diminuir consideravelmente o extrato seco destas suspensões em que ele deseja manter sua viscosidade constante. Um tal documento não ensina, portanto, nada sobre o assunto da tripla problemática lembrada acima e que se coloca ao versado na técnica. Por fim, o requerente deve sublinhar que no documento EP 0 850 880, o único agente redutor de viscosidade mencionado é um poliacrilato de sódio, tal como indicado no exemplo comparativo 1. Por outro lado, o fato de que um tal agente não revela as características químicas dos polímeros cuja utilização faz o objeto da presente invenção, o termo mesmo de agente redutor de viscosidade indica que sua função é a de um dispersante. Ora, como será visto notadamente nos exemplos, os polímeros empregados na presente invenção se comportam como agentes de co-trituração.

Assim, o versado na técnica que deseja usar um processo de

fabricação de uma suspensão aquosa de GCC e de PCC empregando uma etapa de co-trituração de GCC e de PCC, e se encontrando defrontado com o triplo problema técnico seguinte :

5 - obter um extrato seco superior a 70%, preferivelmente superior a 72%, e muito preferivelmente superior a 74% (em peso seco de GCC e de PCC em relação ao peso total da suspensão);

10 - obter para esta mesma suspensão uma viscosidade Brookfield™ medida após a etapa de co-trituração (a 25°C e a 10 rpm) inferior a 5 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 3 000 mPa.s, muito preferivelmente inferior a 2 000 mPa.s, e uma viscosidade Brookfield™ medida 8 dias após a etapa de co-trituração e após agitação (a 25°C e a 10 rpm) inferior a 50 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 30 000 mPa.s, muito preferivelmente inferior a 20 000 mPa.s;

15 - obter, nesta mesma suspensão partículas de carbonato de cálcio cuja diâmetro mediano é inferior 0,7 µm, preferivelmente inferior a 0,5 µm, muito preferivelmente inferior a 0,3 µm;

elaborou de modo completamente surpreendente a utilização, em um processo de co- trituração de GCC e de PCC, compreendendo as etapas

20 de :

1. preparação

(a) de uma suspensão aquosa de GCC, compreendendo eventualmente pelo menos um agente dispersante e/ou pelo menos um agente de auxiliar da trituração,

25 (b) e de uma suspensão aquosa de PCC, compreendendo eventualmente pelo menos um agente dispersante,

2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de carbonatos de cálcio natural e precipitado, tais como preparadas durante a etapa 1),

3. eventualmente concentração da suspensão aquosa dos carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados, tal como obtido após a etapa 2),

5 4. eventualmente secagem da suspensão aquosa de carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados, tal como obtido após a etapa 2) ou 3),

de um agente de co-trituração, caracterizado em que :

10 (a) ele é constituído de pelo menos um homopolímero e/ou de pelo menos um copolímero do ácido acrílico, parcialmente neutralizado, e cuja taxa de neutralização molar das funções ácidas é inferior a 75% da totalidade das funções ácidas,

(b) e em que ele é introduzido :

15 - entre a etapa 1) e a etapa 2), na suspensão aquosa de GCC preparada na etapa 1a) e/ou na suspensão aquosa de PCC preparada na etapa 1b) e/ou na mistura destas duas suspensões,

- e/ou durante a etapa 2) de co-trituração,

- e eventualmente entre a etapa 2) e a etapa 3),

- e eventualmente durante a etapa 3).

20 Esta utilização de agente de co-trituração é igualmente caracterizada em que se emprega de 0,5% a 2% em peso seco do referido agente em relação ao peso seco total de GCC, e de PCC.

25 Esta utilização de agente de co-trituração é igualmente caracterizada em que o referido agente apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas inferior a 75%, preferivelmente inferior a 50% e muito preferivelmente inferior a 20% da totalidade das funções ácidas.

Esta utilização é igualmente caracterizada em que o referido agente é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, os óxidos, os hidróxidos de cálcio e de magnésio, o amoníaco ou suas misturas, preferivelmente pelos hidróxidos, os carbonatos,

os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, o amoníaco e suas misturas, muito preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

Esta utilização é igualmente caracterizada em que o referido agente apresenta um peso molecular compreendido entre 4 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente compreendido entre 4 000 g/mol 10 000 g/mol.

Esta utilização é igualmente caracterizada em que o referido agente apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 3,5, preferivelmente entre 1,5 e 2,5.

O requerente indica que no presente pedido, o peso molecular dos polímeros empregados assim como seu índice de polimolecularidade, são determinados de acordo com método GPC (cromatografia em fase gel ou Gel Permeability Chromatography) empregando um aparelho de cromatografia líquida de marca Waters™ dotado de dois detectores dos quais um combinando a difusão dinâmica da luz à viscosimetria medida por um viscosímetro Viscotek™, e o outro sendo um detector de concentração refratométrica de marca Waters™.

Esta aparelhagem de cromatografia líquida é dotada de colunas de exclusão estéreo- química convenientemente selecionadas pelo versado na técnica a fim de separar os diferentes pesos moleculares dos polímeros estudados.

A fase líquida de eluição é uma fase aquosa.

De modo detalhado, retira-se 1 ml da solução de polimerização que é colocada sobre uma cavidade e em seguida evaporada em temperatura ambiente sob um vácuo inferior a 1 mm de mercúrio. O soluto é diluído a 0,9% no eluente de GPC, e o conjunto é em seguida injetado no aparelho de GPC. O eluente de GPC é uma solução de NaHCO_3 : 0,08 mol/l,

NaNO_3 : 0,1 mol/l, trietanolamina : 0,02 mol/l, NaN_3 0,03% em massa. A coluna de GPC contém uma bomba isocrática (Waters 515) cuja vazão é regulada a 0,5 ml/min, um forno contendo uma pré coluna de tipo

"Guard Column Ultrahydrogel Waters™, uma coluna linear de tipo "Ultrahydrogel Waters™, de 30 cm de comprimento e 7,8 mm de diâmetro interno e um detector refratométrico de tipo RI Waters™ 410. O forno é levado à temperatura de 60°C, e o refratômetro é levado a uma temperatura de 50°C. O aparelho de GPC é escalonado por uma série de 5 padrões de poliacrilato de sódio fornecido pelo Polymer Standard Service, e de índice de polimolecularidade compreendido entre 1,4 e 1,7, assim como com um poliacrilato de sódio de índice de polimolecularidade igual a 2,4 e de peso molecular igual a 5 600 g/mol.

Esta utilização é igualmente caracterizada em que o referido agente, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

Este agente de co-trituração que é um homopolímero ou um

copolímero do ácido acrílico é obtido por processos conhecidos de polimerização radicalar em solução, em emulsão direta ou inversa em suspensão ou precipitação nos solventes apropriados, em presença de sistemas catalíticos e agentes de transferência conhecidos, ou ainda por processos de polimerização radicalar controlada tais como o método denominado Reversible Addition Fragmentation Transfer (RAFT), o método denominado Atom Transfer Radical Polymerization (ATRP), o método denominado Nitroxide Mediated Polymerization (NMP) ou ainda o método denominado Cobaloxime Mediated Free Radical Polymerization.

Este agente de co-trituração que é portanto proveniente de uma reação de polimerização pode eventualmente ser tratado e separado em várias fases, de acordo com processos estáticos ou dinâmicos conhecidos do versado na técnica, por um ou vários solventes polares pertencendo

notadamente ao grupo constituído por água, metano, o etanol, o propanol, o isopropanol, os butanóis, a acetona, o tetraidrofurano ou suas misturas. Em uma variante particular, o requerente notou que a escolha de agentes de dispersão particulares empregados para a preparação da suspensão aquosa de PCC com a etapa 1b), permite melhorar com vantagem as propriedades finais da suspensão aquosa de GCC e de PCC proveniente das etapas 2) e 3) e isto, em termos de extrato seco (% em peso seco total de GCC e de PCC em relação ao peso total da suspensão), de viscosidades Brookfield™ medidas após a etapa de co-trituração e após 8 dias após agitação (a 25°C e a 10 rpm), e de diâmetro mediano das partículas de GCC e de PCC.

Mais precisamente, isto significa que, nesta variante particular, alcança-se uma melhora de pelo menos um dos parâmetros citados no parágrafo acima, ao mesmo tempo mantendo as outras constantes.

Assim, de acordo com esta variante particular, a utilização de agentes de co-trituração de acordo com a invenção é caracterizada em que a

suspensão aquosa de PCC preparada durante a etapa 1b), contém pelo menos um agente dispersante do PCC que é um homopolímero e/ou um copolímero do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes : - - ele apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%,
5 preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- ele apresenta um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

10 - ele apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

De acordo com esta variante, a utilização de agentes de co-trituração de acordo com a invenção é também caracterizada em que se empregam, na suspensão aquosa de PCC preparada na etapa 1b), de 0,5% a 2%, preferivelmente de 0,5% a 1% em peso seco do referido agente de
15 dispersão do PCC, em relação ao peso seco de PCC.

De acordo com esta variante, o referido agente dispersante, empregado na suspensão de PCC preparada na etapa 1b), é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio, de potássio, o amoníaco ou suas misturas, e preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

20 De acordo com esta variante, o referido agente dispersante, empregado na suspensão de PCC preparada na etapa 1b), quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou
25 ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado

dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2- metil-propano-sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função

5 fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

10 Este agente de dispersão do PCC que é um homopolímero ou um copolímero do ácido acrílico é obtido pelos processos conhecidos de polimerização radicalar em solução, em emulsão direta ou inversa, em suspensão ou precipitação em solventes apropriados, em presença de sistemas catalíticos e de agentes de transferência conhecidos, ou ainda por processos de

15 polimerização radicalar controlada tais como o método denominado Reversible Addition Fragmentation Transfer (RAFT), o método denominado Atom Transfer Radical Polymerization(ATRP), o método denominado Nitroxide Mediated Polymerization (NMP) ou ainda o método denominado Cobaloxime Mediated Free Radical Polymerization.

20 Este agente de dispersão que é portanto proveniente de uma reação de polimerização pode eventualmente ser tratado ou separado em várias fases, de acordo com dos processos estáticos ou dinâmicos conhecidos do versado na técnica, por um ou vários solventes polares pertencendo notadamente ao grupo constituído por água, o metanol, o etanol, o propanol, o

25 isopropanol, os butanóis, a acetona, o tetraidrofurano ou suas misturas.

Um segundo objeto da invenção reside em suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados, caracterizadas em que elas contém pelo menos um agente de co- trituração que é constituído de pelo menos um homopolímero e/ou de pelo menos um copolímero do ácido acrílico,

parcialmente neutralizado, e cuja taxa de neutralização molar das funções ácidas é inferior a 75% da totalidade das funções ácidas.

5 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que elas contêm de 0,5% a 2% em peso seco do referido agente de co-trituração em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

10 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que o referido agente de co-trituração apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas inferior a 75%, preferivelmente inferior a 50%, muito preferivelmente inferior a 20% da totalidade das funções ácidas.

15 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que o referido agente de co-trituração é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, os óxidos, os hidróxidos de cálcio e de magnésio, o amoníaco ou suas misturas, preferivelmente pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, o amoníaco e suas misturas, muito preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

20 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que o referido agente de co-trituração apresenta um peso molecular compreendido entre 4 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 4 000 g/mol 10 000 g/mol.

25 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que o referido agente de co-trituração apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 3,5, preferivelmente entre 1,5 e 2,5.

Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que o referido agente de co-trituração, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro

monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado

5 dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2- metil-propano-sulfônico, o

10 metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e

15 seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

Este agente de co-trituração que é um homopolímero ou um copolímero do ácido acrílico é obtido pelos processos conhecidos de

20 copolimerização radicalar em solução, em emulsão direta ou inversa, em suspensão ou precipitação em solventes apropriados, em presença de sistemas catalíticos e de agentes de transferência conhecidos, ou ainda por processos de polimerização radicalar controlada tais como o método denominado Reversible Addition Fragmentation Transfer (RAFT), o método denominado

25 Atom Transfer Radical Polymerization(ATRP), o método denominado Nitroxide Mediated Polymerization (NMP) ou ainda o método denominado Cobaloxime Mediated Free Radical Polymerization.

Este agente de co-trituração que é portanto proveniente de uma reação de polimerização pode eventualmente ser tratado e separado em várias

fases, de acordo com dos processos estáticos ou dinâmicos conhecidos do versado na técnica, por um ou vários solventes polares pertencendo notadamente ao grupo constituído por água, o metanol, o etanol, o propanol, o isopropanol, os butanóis, a acetona, o tetraidrofurano ou suas misturas.

5 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que elas contém uma porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso seco total de GCC e de PCC, compreendido entre 10% e 90%, preferivelmente entre 20% e 80%, muito preferivelmente entre 30% e 70%.

10 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que elas contém uma porcentagem em peso seco total de PCC e de GCC, em relação ao peso total da suspensão, superior a 70%, preferivelmente superior a 72%, muito preferivelmente superior a 74%.

15 No entanto, qualquer meio permitindo chegar a suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados contendo o referido agente de co-trituração e tendo uma porcentagem em peso seco total de GCC e de PCC inferior a 70% do peso total da suspensão, deve ser considerado como um equivalente técnico.

20 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que as partículas de GCC e de PCC que elas contém apresentam um fator de distribuição ($100 \times d_{30}/d_{70}$, onde d_x designa o diâmetro médio tal que x% em peso das partículas têm um diâmetro inferior a este diâmetro médio) superior a 30, preferivelmente superior a 40, muito preferivelmente superior a 45.

25 Estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que as partículas de GCC e de PCC que elas contém apresentam um diâmetro mediano inferior a 0,7 μm , preferivelmente inferior a 0,5 μm , muito preferivelmente inferior a 0,3 μm .

A requerente indica que os valores de d_x e de diâmetro

mediano são determinados a partir de um aparelho do tipo Sedigraph™ 5100 comercializado pela empresa MICROMERITICS™, pelos métodos bem conhecidos do versado na técnica. Em uma variante particular, estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também

5 caracterizadas em que elas contém também pelo menos um agente dispersante do PCC que é um homopolímero e/ou um copolímero do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

- ele apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das

10 funções ácidas, e é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- ele apresenta um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

- ele apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

15 De acordo com esta variante, estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que elas contém de 0,5% a 2%, preferivelmente de 0,5% a 1% em peso seco do referido agente dispersante do PCC em relação ao peso seco de PCC.

De acordo com esta variante, o referido agente de dispersão do

20 PCC é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio, de potássio, de amoníaco ou suas misturas, e preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

De acordo com esta variante, estas suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizadas em que o agente de

25 dispersão do PCC, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou

itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2- acrilamido-2-metil-propano-sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

Este agente de dispersão que é um homopolímero ou um copolímero do ácido acrílico é obtido pelos processos conhecidos de copolimerização radicalar em solução, em emulsão direta ou inversa, em suspensão ou precipitação em solventes apropriados, em presença de sistemas catalíticos e de agentes de transferência conhecidos, ou ainda por processos de polimerização radicalar controlada tais como o método denominado Reversible Addition Fragmentation Transfer (RAFT), o método denominado Atom Transfer Radical Polymerization(ATRP), o método denominado Nitroxide Mediated Polymerization (NMP) ou ainda o método denominado Cobaloxime Mediated Free Radical Polymerization.

Este agente de dispersão que é portanto proveniente de uma reação de polimerização pode eventualmente ser tratado e separado em várias fases, de acordo com dos processos estáticos ou dinâmicos conhecidos do versado na técnica, por um ou vários solventes polares pertencendo notadamente ao grupo constituído por água, o metanol, o etanol, o propanol, o isopropanol, os butanóis, a acetona, o tetraidrofurano ou suas misturas.

Um terceiro objeto da invenção reside em pigmentos secos de GCC e de PCC obtidos pela variante do processo de acordo com a invenção que emprega uma etapa de secagem das suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados.

5 A requerente indica que durante esta etapa, o versado na técnica poderá empregar um agente de tratamento de superfície das partículas de GCC e de PCC co-triturados, tal que notadamente um agente para tornar a referida superfície hidrofóbica, um agente tal como um ácido graxo tendo de 8 a 30 átomos de carbono, este agente podendo ser notadamente o ácido
10 esteárico.

 Estes pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados são também caracterizados em que eles contêm uma porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso seco total de GCC e de PCC, compreendido entre 10% e 90%, preferivelmente entre 20% e 80%, muito preferivelmente entre
15 30% e 70%.

 Estes pigmentos secos são também caracterizados em que eles contêm pelo menos um agente de co-trituração de GCC e de PCC que é pelo menos um homopolímero e/ou pelo menos um copolímero do ácido acrílico, parcialmente neutralizado, e cuja taxa de neutralização molar das funções
20 ácidas é inferior a 75% da totalidade das funções ácidas.

 Estes pigmentos secos são também caracterizados em que eles contêm de 0,5% a 2% em peso seco do referido agente de co-trituração de GCC e de PCC em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

 Estes pigmentos secos são também caracterizados em que o
25 agente de co-trituração de GCC e de PCC apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas inferior a 75%, preferivelmente inferior a 50%, muito preferivelmente inferior a 20% da totalidade das funções ácidas. Estes pigmentos secos são também caracterizados em que o agente de co-trituração de GCC e de PCC é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os

hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, os óxidos, os hidróxidos de cálcio e de magnésio, o amoníaco ou suas misturas, preferivelmente pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, o amoníaco e suas misturas, muito preferivelmente por hidróxido de sódio.

5 Estes pigmentos secos são também caracterizados em que o agente de co-trituração de GCC e de PCC apresenta um peso molecular compreendido entre 4 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 4 000 g/mol 10 000 g/mol.

10 Estes pigmentos secos são também caracterizados em que o agente de co-trituração de GCC e de PCC apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 3,5, preferivelmente entre 1,5 e 2,5.

15 Estes pigmentos secos são também caracterizados em que o agente de co-trituração de GCC e de PCC, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros
20 com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2-metil-propano- sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o
25 ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda

selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

Em uma variante particular, estes pigmentos secos são também caracterizados em que eles contêm também pelo menos um agente dispersante do PCC que é um homopolímero e/ou um copolímero do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

- ele apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- ele apresenta um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

- ele apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

De acordo com esta variante, estes pigmentos secos de GCC e de PCC são também caracterizados em que eles contêm de 0,5% a 2%, preferivelmente de 0,5% a 1% em peso seco do referido agente dispersante do PCC em relação ao peso seco de PCC.

De acordo com esta variante, o referido agente de dispersão do PCC é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio, de potássio, o amoníaco ou suas misturas, e preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

De acordo com esta variante, estes pigmentos secos de GCC e de PCC são também caracterizados em que o agente de dispersão do PCC, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais

como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2- metil-propano-sulfônico, o 5 metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e 10 seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

Um quarto objeto da invenção reside na utilização das suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com a 15 invenção, na fabricação do papel e notadamente no revestimento da folha de papel e na fabricação da folha de papel, e na fabricação de tintas.

Um quinto e último objeto da invenção reside na utilização de pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados e secados de acordo com a invenção, na fabricação do papel e notadamente no revestimento da folha de 20 papel e na fabricação da folha de papel, na fabricação de tintas, de borrachas e de plásticos.

EXEMPLOS

Em cada um dos exemplos, as características granulométricas das suspensões aquosas de materiais minerais são determinadas com partir de 25 um aparelho do tipo Sedigraph TM 5100 comercializado pela empresa MICROMERITICS TM.

Exemplo 1

Este exemplo ilustra a utilização, no processo de fabricação de GCC e de PCC co-triturados compreendendo as etapas de :

1. preparação (a) de uma suspensão aquosa de GCC, com um agente de auxiliar da trituração,

(b) e de uma suspensão aquosa de PCC, compreendendo um agente dispersante,

5 2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de GCC e de PCC, tais como preparadas durante a etapa 1),

3. concentração da suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados, tal como obtido após a etapa 2),

10 de um agente de co-trituração de acordo com a arte anterior ou de um agente de co-trituração de acordo com a invenção, o mesmo agente sendo introduzido em parte durante a etapa 2), a outra parte sendo introduzida durante a etapa 3).

Este exemplo ilustra o caso de uma relação em peso seco GCC : PCC durante a etapa de co-trituração igual a 50 : 50.

15 Além disso, este exemplo ilustra igualmente as suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com a invenção.

20 De acordo com a etapa 1a) do referido processo, começa-se preparando uma suspensão aquosa de GCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica, usando 0,27% em peso seco de um poliacrilato em relação ao peso seco de GCC.

Esta suspensão :

- possui um extrato seco igual 75,3% (expresso em porcentagem em peso seco de GCC em relação ao peso total da suspensão);

25 - apresenta características granulométricas tais como 41,9% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , 66,2% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 2 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de GCC é igual a 1,4 μm .

De acordo com a etapa 1b) do referido processo, prepara-se igualmente uma suspensão aquosa de PCC de acordo com os métodos bem

conhecidos do versado na técnica.

Esta suspensão:

- possui um extrato seco igual 51,8% (expresso em porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso total da suspensão);

5 - apresenta características granulométricas tais como 74,5% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , 96,6% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro inferior a 2 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de PCC é igual a 0,71 μm ;

10 - e contém 0,5% em peso seco (em relação ao peso seco de PCC) de um agente dispersante que é um homopolímero do ácido acrílico, totalmente neutralizado pela soda, de peso molecular igual a 10 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 3,1; este agente não corresponde, portanto, com a variante particular da invenção onde os agentes dispersantes particularmente vantajosos são empregados para dispersar o PCC (a definição
15 de tais agentes tendo sido dada na descrição do presente pedido).

De acordo com a etapa 2) do referido processo, co-tritura-se em seguida as duas suspensões.

A relação em peso seco GCC : PCC durante esta etapa é igual a 50 : 50.

20 Introduz-se durante esta etapa uma quantidade de agente de co-trituração igual a 0,4% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

De acordo com a etapa 3) do referido processo, concentra-se a suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados obtida após a etapa 2),
25 introduzindo-se o mesmo agente que o empregado durante a etapa de co-trituração; a quantidade do referido agente empregado durante a etapa de concentração é igual a 0,4% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

Teste nº. 1

Este teste ilustra a arte anterior.

Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, totalmente neutralizado pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 10 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 3,1.

Teste nº. 2

Este teste ilustra a arte anterior.

Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 80% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 10 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 3,1.

Teste nº. 3

Este teste ilustra a arte anterior.

Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 40% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio e 45% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de cálcio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Teste nº. 4

Este teste ilustra a arte anterior.

Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 50% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio e 35% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de magnésio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,2.

Teste nº. 5

Este teste ilustra a invenção.

Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 14% em mol das funções ácidas são

neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Teste nº. 6

Este teste ilustra a invenção.

5 Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 40% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio e 10% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de cálcio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

10 Teste nº. 7

Este teste ilustra a invenção.

 Ele emprega um agente de co-trituração que é um copolímero do ácido acrílico e do ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfônico (em uma relação em massa de destes dois constituintes igual a 85 : 15), do qual 30%
15 em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio e 20% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de cálcio, de peso molecular igual a 5 600 e de índice de polimolecularidade igual a 2,35.

Teste nº. 8

Este teste ilustra a invenção.

20 Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 37% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 600 e de índice de polimolecularidade igual a 2,2.

25 Para cada um dos testes no. 1 a 8, mede-se em seguida, de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica :

- a porcentagem em peso de partículas de GCC e de PCC na suspensão final obtida após a etapa 3), que têm um diâmetro inferior a 1 μm ,
notada% < 1 μm ,

- o diâmetro mediano das partículas de GCC e de PCC na

suspensão final obtida após a etapa 3), notado d_{50} ;

- 5 - o extrato seco da suspensão final obtida após a etapa 3) notado ES; as viscosidades Brookfield™, medidas a 10 rpm e a 25°C de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica, da suspensão final obtida após a etapa 3), no momento $t=0$ e notado $V_B(t_0)$, e no momento $t=8$ dias após agitação notado $V_B(t_8)$.

O conjunto destes resultados, assim que as características principais dos agentes de co- trituração utilizados, são relatados na tabela 1.

Tabela 1

Teste nº,	1	2	3	4	5	6	7	8	
Técnica anterior (AA) / Invenção (INVENÇÃO)	AA	AA	AA	AA	INV	INV	INV	INV	
Agente de co-trituração usado durante as etapas 2) e 3)	Natureza	aa	aa	aa	aa	aa	aa/amps	aa	
	neutralização	100Na	80 Na	40 Na	50 Na	14 Na	40 Na	30 Na	37 Na
	M _w (g/mole)	10 000	10 000	5 600	5 600	5 600	5 600	5 600	5 600
	li,	3,1	3,1	2,4	2,2	2,4	2,4	2,35	2,2
suspensão de GCC e de PCC obtida após a etapa 3	% < 1 um	90	92	98,9	98	97,9	97,9	96,1	97,9
	d ₅₀ ⁰ (gim)	0,5	0,4	0,28	0,3	0,293	0,282	0,28	0,29
	ES (%)	70,0	71,0	72,0	73,0	74,4	73,5	74,0	74,4
	VB (to) (mPa.s)	7 000	6 000	6 700	18 600	4 260	3 800	4 240	3 460
	VB (t ₈) (mPa _s)	100 000	80 000	65 000	80 000	46 200	47 500	40 000	20 700

10 Características dos agentes de co-trituração utilizados, com :

- "natureza" designando a natureza química do referido agente, e notadamente aa designando um homopolímero do ácido acrílico e aa/amps designando um copolímero do ácido acrílico e do ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfônico em uma relação em massa de destes dois constituintes
15 igual a 85 : 15;

- "neutralização" indicando a porcentagem molar de funções ácidas neutralizadas (nome) e a natureza do íon de neutralização (símbolo químico após o nome);

- " M_w " designando o peso molecular em massa do referido agente;

- " I_p " designando o índice de polimolecularidade do referido agente;

5 características das suspensões aquosas de GCC e de PCC obtidos após a etapa de concentração, com :

- " $\% < 1 \mu m$ " designando a porcentagem em peso de partículas de GCC e de PCC tendo um diâmetro inferior a $1 \mu m$;

10 - " d_{50} " designando o diâmetro mediano das partículas de GCC e de PCC;

- "ES (%)" designando o extrato seco da suspensão (em% em peso seco total de GCC e de PCC por relação ao peso total da suspensão);

15 - " $V_B(t_0)$ " e " $V_B(T_8)$ " designando respectivamente as viscosidades Brookfield™, medidas a 10 rpm e a 25°C, no momento $t=0$ e no momento $t=8$ dias após agitação.

Estes resultados demonstram portanto que apenas os agentes de co-trituração da invenção permitem resolver o problema técnico que se coloca ao versado na técnica, a saber :

20 - obter para a suspensão final de GCC e de PCC co-triturados um extrato seco superior a 70%, preferivelmente superior a 72%, e muito preferivelmente superior a 74% (em peso seco de partículas minerais em relação ao peso total da suspensão);

25 - obter para esta mesma suspensão uma viscosidade Brookfield™ medida após a etapa de co-trituração (a 25°C e a 10 rpm) inferior a 5 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 3 000 mPa.s, muito preferivelmente inferior a 2 000 mPa.s, e uma viscosidade Brookfield™ medida 8 dias após a etapa de co-trituração e após agitação (a 25°C e a 10 rpm) inferior a 50 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 30 000 mPa.s, muito preferivelmente inferior a 20 000 mPa.s;

- obter, nesta mesma suspensão, partículas de carbonatos de cálcio cuja diâmetro mediano é inferior 0,7 μm , preferivelmente inferior a 0,5 μm , muito preferivelmente inferior a 0,3 μm .

Exemplo 2

5 Este exemplo ilustra a utilização, no processo de fabricação de GCC e de PCC co-triturados compreendendo as etapas de :

1. preparação

(a) de uma suspensão aquosa de GCC, com um agente de auxiliar da trituração,

10 (b) e de uma suspensão aquosa de PCC, compreendendo um agente dispersante,

2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de GCC e de PCC, tais como preparadas durante a etapa 1),

15 3. concentração da suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados, tal como obtido após a etapa 2),

de um agente de co-trituração de acordo com a arte anterior ou de um agente de co-trituração de acordo com a invenção, o mesmo agente sendo introduzido em parte durante a etapa 2), a outra parte sendo introduzida durante a etapa 3).

20 Este exemplo ilustra o caso de uma relação em peso seco GCC : PCC durante a etapa de co-trituração igual a 70 : 30.

Além disso, este exemplo ilustra igualmente as suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com a invenção.

25 De acordo com a etapa 1a) do referido processo, começa-se preparando uma suspensão aquosa de GCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica, usando 0,27% em peso seco de um poliacrilato em relação ao peso seco de GCC.

Esta suspensão :

- possui um extrato seco igual 75,3% (expresso em

porcentagem em peso seco de GCC em relação ao peso total da suspensão);

- apresenta características granulométricas tais como 41,9% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , 66,2% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 2 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de GCC é igual a 1,4 μm .

De acordo com a etapa 1b) do referido processo, prepara-se igualmente uma suspensão aquosa de PCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica.

Esta suspensão:

- possui um extrato seco igual 51,8% (expresso em porcentagem em peso seco das partículas de PCC em relação ao peso total da suspensão);

- apresenta características granulométricas tais como 74,5% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro médio inferior a 1 μm , 96,6% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro médio inferior a 2 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de PCC é igual a 0,71 μm ;

- e contém 0,5% em peso seco (em relação ao peso seco de PCC) de um agente dispersante que é um homopolímero do ácido acrílico, totalmente neutralizado pela soda, de peso molecular igual a 10 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 3,1; este agente não corresponde portanto à variante particular da invenção onde os agentes dispersantes particularmente vantajosos são empregados para dispersar o PCC (a definição de tais agentes tendo sido dada na descrição do presente pedido).

De acordo com a etapa 2) do referido processo, co-tritura-se em seguida as duas suspensões.

A relação em peso seco GCC : PCC durante esta etapa é igual a 70 : 30.

Introduz-se durante esta etapa uma quantidade de agente de

co-trituração igual a 0,4% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC empregados.

5 De acordo com a etapa 3) do referido processo, concentra-se a suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados obtida após a etapa 2), introduzindo-se o mesmo agente que o empregado durante a etapa de co-trituração; a quantidade do referido agente empregado durante a etapa de concentração é igual a 0,4% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

Teste no. 9

10 Este teste ilustra a arte anterior.

Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, totalmente neutralizado pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 10 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 3,1.

15 Teste no. 10

Este teste ilustra a arte anterior.

20 Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 80% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 10 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 3,1.

Teste no. 11

Este teste ilustra a invenção.

25 Ele emprega um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 40% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio e 10% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de cálcio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Para cada um dos testes no. 9 a 11, mede-se em seguida, de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica :

- a porcentagem em peso de partículas de GCC e de PCC na suspensão final obtida após a etapa 3), que têm um diâmetro inferior a $1\ \mu\text{m}$, notada $\% < 1\ \mu\text{m}$;

- o diâmetro mediano das partículas de GCC e de PCC na suspensão final obtida após a etapa 3), notado d_{50} ;

- o extrato seco da suspensão final obtida após a etapa 3) notado ES;

1- as viscosidades Brookfield™, medidas a 10 rpm e a 25°C , da suspensão final obtida após a etapa 3), no momento $t=0$ e notado $V_B(t_0)$, e no momento $t=8$ dias após agitação notado $V_B(t_8)$.

O conjunto destes resultados, assim como as características principais dos agentes de co- trituração utilizados, são relatados na tabela 2.

Tabela 2 :

Teste nº.		9	10	11
Técnica anterior (AA)/ invenção (INV)		AA	AA	INV
agente de co- trituração usado durante etapas 2) e 3)	natureza	aa	aa	aa
	neutralização	100 Na	80 Na	40 Na 10 Ca
	AI, (g/mole)	10 000	5 600	5 600
	I,	3,1	2,4	2,4
suspensão de GCC e de PCC obtida após a etapa 3)	$\% < 1\ \mu\text{m}$	90	98,9	97,9
	dso GIM	0,5	0,28	0,282
	ES (%)	70,0	72,0	74,1
	VB (O (mPa	6 500	6 200	3 200
	VB (t8) (mPa.s)	80 000	55 000	35 800

Características dos agentes de co-trituração utilizados, com :

- "natureza" designando a natureza química do referido agente, aa designando um homopolímero do ácido acrílico;

- "neutralização" indicando a porcentagem molar de funções ácidas neutralizadas (nome) e a natureza do íon de neutralização (símbolo químico após o nome);

- " M_w " designando o peso molecular em massa do referido

agente;

- " I_p " designando o índice de polimolecularidade do referido

agente;

características das suspensões aquosas de carbonatos de cálcio

5 natural e precipitado obtidas após a etapa de concentração, com :

- " $\% < 1 \mu m$ " designando a porcentagem em peso de partículas de GCC e de PCC tendo um diâmetro inferior a $1 \mu m$;

- " d_{50} " designando o diâmetro mediano das partículas de GCC e de PCC;

10 - "ES (%)" designando o extrato seco da suspensão (em% em peso seco total de GCC e de PCC em relação ao peso total da suspensão);

- " $V_B(t_0)$ e " $V_B(t_8)$ " designando respectivamente as viscosidades Brookfield TM, medidas a 10 rpm e a 25°C, no momento $t=0$ e no momento $t=8$ dias após agitação.

15 Estes resultados demonstram portanto que apenas os agentes de co-trituração da invenção permitem resolver o problema técnico que se coloca ao versado na técnica, a saber :

- obter para a suspensão final de GCC e de PCC co-triturados um extrato seco superior a 70%, preferivelmente superior a 72%, e muito
20 preferivelmente superior a 74% (em peso seco total de GCC e de PCC em relação ao peso total da suspensão);

- obter para esta mesma suspensão uma viscosidade Brookfield TM medida após a etapa de co-trituração (a 25°C e 10 rpm) inferior a 5 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 3 000 mPa.s, muito preferivelmente
25 inferior a 2 000 mPa.s, e uma viscosidade Brookfield TM, medida 8 dias após a etapa de co-trituração e após agitação (a 25°C e 10 rpm) inferior a 50 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 30 000 mPa.s, muito preferivelmente inferior a 20 000 mPa.s;

- obter, nesta mesma suspensão, partículas de carbonato de

cálcio cujo diâmetro mediano é inferior 0,7 μm , preferivelmente inferior a 0,5 μm , muito preferivelmente inferior a 0,3 μm .

Exemplo 3

Este exemplo ilustra a utilização, no processo de fabricação de
5 GCC e de PCC co-triturados compreendendo as etapas de :

1. preparação

(a) de uma suspensão aquosa de GCC, com um agente de
auxiliar da trituração,

(b) e de uma suspensão aquosa de PCC, compreendendo um
10 agente dispersante,

2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de GCC e de
PCC, tais como preparadas durante a etapa 1),

3. concentração da suspensão aquosa dos carbonatos de cálcio
natural e precipitado co-triturados, tal como obtido após a etapa 2),

15 de um agente de co-trituração de acordo com a invenção, o
mesmo agente sendo introduzido em parte durante a etapa 2), a outra parte
sendo introduzida durante a etapa 3).

Este exemplo ilustra o caso de uma relação em peso seco GCC
: PCC durante a etapa de co-trituração igual a 50 : 50.

20 No caso dos testes 15 e 16 assim como 17 e 18, este exemplo
ilustra a variante preferencial que reside na utilização, durante a etapa 1b) de
preparação da suspensão de PCC, de agentes dispersantes do PCC que são
homopolímeros do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

- uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior
25 a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e o
referido agente é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000
g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

- um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e

2,5. Por fim, este exemplo ilustra igualmente as suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com a invenção.

De acordo com a etapa 1a) do referido processo, começa-se preparando uma suspensão aquosa de GCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica, usando 0,27% em peso seco de um poliacrilato em relação ao peso seco de GCC.

Esta suspensão:

- possui um extrato seco igual 75,3% (expresso em porcentagem em peso seco de GCC em relação ao peso total da suspensão);

- apresenta características granulométricas tais como 41,9% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , 66,2% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 2 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de GCC é igual a 1,4 μm .

De acordo com a etapa 1b) do referido processo, prepara-se igualmente uma suspensão aquosa de PCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica.

Esta suspensão :

- possui um extrato seco igual 51,8% (expresso em porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso total da suspensão);

- apresenta características granulométricas tais como 74,5% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , 96,6% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro inferior a 2 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de PCC é igual a 0,71 μm ;

- e contém um agente dispersante (que ilustra a variante preferencial da invenção no caso dos testes no. 15 e 16, assim que 17 e 18), em uma quantidade igual a 0,5% em peso seco do referido agente em relação ao peso seco de PCC.

De acordo com a etapa 2) do referido processo, co-tritura-se em seguida as duas suspensões de acordo com os métodos bem conhecidos do

versado na técnica.

A relação em peso seco GCC : PCC durante esta etapa é igual a 50 : 50.

5 Introduz-se durante esta etapa uma quantidade de agente de co-trituração igual a 0,4% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

10 De acordo com a etapa 3) do referido processo, concentra-se a suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados obtida após a etapa 2), introduzindo-se o mesmo agente que o empregado durante a etapa de co-trituração; a quantidade do referido agente empregado durante a etapa de concentração é igual a 0,5% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

Teste no. 12

15 Este teste ilustra a invenção, mas não ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

20 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 50% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio e 50% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de magnésio, de peso molecular igual a 5 700 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,2.

25 Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 37% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,2.

Teste no. 13

Este teste ilustra a invenção, mas não ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 4 500 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,2.;

- 5 Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 14% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido sódio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Teste no. 14

- 10 Este teste ilustra a invenção, mas não ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

15 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 500 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

- 20 Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de co-trituração, que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 14% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Teste no. 15

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

- 25 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,2.

Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente

de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 14% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Teste no. 16

5 Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

10 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,2.

15 Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 26% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 800 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,15.

Teste no. 17

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

20 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 90% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,2.

25 Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 14% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Teste no. 18

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial

que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

5 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 13000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,2.

10 Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 26% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 800 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,15.

Para cada um dos testes no. 12 a 18, mede-se, em seguida, de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica :

15 - a porcentagem em peso de partículas de GCC e de PCC na suspensão final obtida após a etapa 3), que têm um diâmetro inferior a 1 μm , notada $\% < 1 \mu\text{m}$;

- o diâmetro mediano das partículas de GCC e de PCC na suspensão final obtida após a etapa 3), notado d_{50} ;

- o extrato seco da suspensão final obtida após a etapa 3) notado ES;

20 - as viscosidades Brookfield™, medidas a 10 rpm e a 25°C, da suspensão final obtida após a etapa 3), no momento $t=0$ e notado $V_B(t_0)$, e no momento $t=8$ dias após agitação notado $V_B(t_8)$.

25 O conjunto destes resultados, as características principais dos agentes de co-trituração utilizados para a co-trituração de GCC e de PCC, e as características dos agentes dispersantes utilizados para a dispersão do PCC, são relatados na tabela 3.

Tabela 3 :

Teste nº.		12	13	14	15	16	17	18
Invenção fora da variante (HIV)	(IHV)/on (VI)	IHV	IHV	IHV	VI	VI	VI	VI
Agente de dispersão de PCC usado durante a etapa 1b)	natureza	aa	aa	aa	aa	aa	aa	aa
	neutralização	50 Na 50M	10 0 Na	100 Na	10 0 Na	10 0 Na	10 0 Na	9 0 N
	M, (g/mole)	5 700	4 500	5 500	12 000	12	13	12 000
	I,,	2,2	2,2	2,4	2,2	2,2	2,2	2,2
Agente de co-trituração de GCC e de PCC usado durante as etapas 2) e 3)	natureza	aa	aa	aa	aa	aa	aa	Aa
	neutralização	37 Na	14 Na	14 Na	14 Na	26 Na	26 Na	14 Na
	M _w (g/mole)	5 600	5 600	5 600	5 600	5 800	5 800	5 600
	I,	2,2	2,4	2,4	2,4	2,15	2,15	2,4
Suspensão de GCC e de PCC obtida após a etapa 3)	% < 1 l.tn	97,9	98,8	99,4	98,9	98,6	98,6	98,7
	d ₅₀ (AO	0,306	0,305	0,31	0,3	0,298	0,3	0,3
	ES (%)	72	73	73,7	74	74	74	74
	VB (to) (mPa.s)	4 900	4 900	4 200	1 400	2 700	2 750	1 450
	V _B (t _g) (mPa.s)	34 900	35 700	20 400	11 800	3 800	3 850	12 000

Características dos agentes de co-trituração de GCC e de PCC e dos agentes de dispersão do PCC utilizados, com :

- "natureza" designando a natureza química do referido agente, e notadamente aa designando um homopolímero do ácido acrílico;

- "neutralização" indicando a porcentagem molar de funções ácidas neutralizadas (nome) e a natureza do íon de neutralização (símbolo químico seguindo o nome);

- "M_w" designando o peso molecular em massa do referido agente; - "I_p" designando o índice de polimolecularidade do referido agente;

características das suspensões aquosas de GCC e de PCC obtidas após a etapa de concentração, com :

- "% < 1 µm" designando a porcentagem em peso de partículas de GCC e de PCC tendo um diâmetro inferior a 1 µm;

- "d₅₀" designando o diâmetro mediano das partículas de

carbonatos de cálcio natural e precipitado;

- "ES (%)" designando o extrato seco da suspensão (em% em peso seco de partículas de GCC e de PCC);

5 - " $V_B(t_0)$ " e " $V_B(t_8)$ " designando respectivamente as viscosidades Brookfield™, medidas a 10 rpm e a 25 °C, no momento $t = 0$ e no momento $t=8$ dias após agitação.

Estes resultados demonstram portanto que os agentes de co-trituração da invenção permitem resolver o problema técnico que se coloca ao versado na técnica, a saber :

10 - obter para a suspensão final de GCC e de PCC co-triturados um extrato seco superior a 70%, preferivelmente superior a 72%, e muito preferivelmente superior a 74% (em peso de partículas minerais em relação ao peso total da suspensão);

15 - obter para esta mesma suspensão uma viscosidade Brookfield™ medida após a etapa de co-trituração (a 25 °C e a 10 rpm) inferior a 5 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 3 000 mPa.s, muito preferivelmente inferior a 2 000 mPa.s, e uma viscosidade Brookfield™ medida 8 dias após a etapa de co-trituração e após agitação (a 25 °C e a 10 rpm) inferior a 50 000 mPa.s, preferivelmente inferior a 30 000 mPa.s, muito
20 preferivelmente inferior a 20 000 mPa.s;

- obter, nesta mesma suspensão das partículas de carbonato de cálcio cujo diâmetro mediano é inferior 0,7 μm , preferivelmente inferior a 0,5 μm , muito preferivelmente inferior a 0,3 μm .

25 Estes resultados demonstram igualmente que a utilização de agentes dispersantes particulares para o PCC que são homopolímeros do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

- uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e muito preferivelmente em este é totalmente neutralizado;

- um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

- um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5;

5 permitindo melhorar sensivelmente os valores das viscosidades Brookfield™ das suspensões de GCC e de PCC co-triturados de acordo com variante da invenção, em relação às suspensões obtidos sem empregar a variante da invenção e isto, conservando os valores de d_{50} inferiores ou iguais a 0,3 μm e valores de extrato seco superiores ou iguais
10 com 74% do peso total das suspensões.

A requerente acrescenta que o versado na técnica pode selecionar acrescentar na suspensão final de GCC e de PCC obtida após a etapa 3), um agente regulador de viscosidade. Pode-se tratar notadamente de um composto à base de zircônio, tal como um composto do tipo AZC
15 (carbonato de zircônio amônio) ou KZC (carbonato de zircônio potássio), dos exemplos comerciais como os compostos sendo, por exemplo, os produtos Zirmel™ e Bacote™, comercializados pela empresa MEL CHEMICALS™

Exemplo 4

Este exemplo ilustra a utilização, no processo de fabricação de
20 GCC e de PCC co-triturados compreendendo as etapas de :

1. preparação

(a) de uma suspensão aquosa de GCC, com um agente de auxiliar da trituração,

(b) e de uma suspensão aquosa de PCC, compreendendo um
25 agente dispersante,

2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de GCC e de PCC, tais como preparadas durante a etapa 1),

3. concentração da suspensão aquosa dos carbonatos de cálcio natural e precipitado co triturados, tal como obtido após a etapa 2), de um

agente de co-trituração de acordo com a invenção, o referido agente sendo introduzido em parte durante a etapa 2) e durante a etapa 3).

Este exemplo ilustra o caso de uma relação em peso seco GCC : PCC durante a etapa de co-trituração igual a 50 : 50.

5 Este exemplo ilustra também a variante preferencial que reside na utilização, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, de agentes dispersantes do PCC que são homopolímeros do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

10 - uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e o referido agente é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

15 - um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

Por fim, este exemplo ilustra igualmente as suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com a invenção.

20 De acordo com a etapa 1a) do referido processo, começa-se preparando uma suspensão aquosa de GCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica, usando 0,27% em peso seco em relação ao peso seco de GCC de um poliacrilato.

Esta suspensão:

- possui um extrato seco igual 74,6% (expresso em porcentagem em peso seco de GCC em relação ao peso total da suspensão);

25 - apresenta características granulométricas tais como 40,3% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , 61,6% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 2 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de GCC é igual a 1,4 μm .

De acordo com a etapa 1b) do referido processo, prepara-se

igualmente uma suspensão aquosa de PCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica.

Esta suspensão:

- possui um extrato seco igual 14,1% (expresso em porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso total da suspensão);
- apresenta características granulométricas tais como 83,3% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , 97,8% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro inferior a 2 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de PCC é igual a 0,58 μm ;
- e contém um agente dispersante (que ilustra a variante preferencial da invenção), em uma quantidade igual a 0,54% em peso seco do referido agente em relação ao peso seco de PCC.

De acordo com a etapa 2) do referido processo, co-tritura-se em seguida as duas suspensões de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica.

A relação em peso seco GCC : PCC durante esta etapa é igual a 50 : 50. I

Introduz-se durante esta etapa uma quantidade de agente de co-trituração igual a 0,5% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

De acordo com a etapa 3) do referido processo, concentra-se a suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados obtida após a etapa 2), introduzindo-se o mesmo agente que o empregado durante a etapa de co-trituração; a quantidade do referido agente empregado durante a etapa de concentração é igual a 0,15% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

Teste no. 19

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal

como definido na introdução deste exemplo.

Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de potássio, de peso molecular igual a 10 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,29.

Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 37% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 800 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,15.

10 Teste no. 20

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 37% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 800 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,15.

Teste no. 21

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, do qual 37% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 4 900 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,13.

5 Para cada um dos testes no. 19 a 21, mede-se em seguida os mesmos parâmetros que os medidos para os exemplos precedentes. O conjunto destes resultados, as características principais dos agentes de co-trituração utilizados para a co-trituração de GCC e de PCC, e as características dos agentes dispersantes utilizados para a dispersão do PCC, são relatadas na tabela 4.

Tabela 4 :

Teste n°.		19	20	21
Agente de dispersão de PCC usado durante a etapa 1b)	natureza	aa	aa	aa
	neutralização	100 K	100 Na	100 Na
	Mv, (g/mole)	10 000	12 000	12 000
	I _„	2,29	2,4	2,4
agente de co-trituração de GCC e de PCC usado durante as etapas 2) e 3)	natureza	aa	aa	aa
	neutralização	37 Na	37 Na	37 Na
	(g/mole)	5 800	5 800	4 900
	I _„	2	2,15	2,13
suspensão de GCC e de PCC obtida após a etapa 3)	% < 1 j.tn	97,6	96,1	96,3
	d ₅₀ (I-tm)	0,	0,295	0,29
	ES (%)	74	74	74
	VB (t.) (mPa.s)	1 400	3 600	3 200
	Vg (t8) (mPa.s)	3 500	9 900	9 300

15 Características dos agentes de co-trituração de GCC e de PCC, dos agentes de dispersão do PCC, das suspensões aquosas de GCC e de PCC obtidos após a etapa de concentração, com as abreviaturas tais como definidas nos exemplos precedentes.

Estes resultados demonstram portanto que os agentes de co-trituração da invenção, em combinação com os agentes de dispersão particulares do PCC da invenção, permitem resolver o problema técnico que se coloca ao versado na técnica, como já explicado acima.

Estas combinações permitem melhorar sensivelmente os valores das viscosidades Brookfield TM das suspensões de GCC e de PCC co-triturados de acordo com variante da invenção, conservando ao mesmo tempo os valores de d_{50} inferiores ou iguais a $0,3\ \mu\text{m}$ e valores de extrato seco iguais a 74% do peso total dos suspensões.

Exemplo 5

Este exemplo ilustra a utilização, no processo de fabricação de GCC e de PCC co-triturados compreendendo as etapas de :

1. preparação

(a) de uma suspensão aquosa de GCC, com um agente de auxiliar da trituração,

(b) e de uma suspensão aquosa de PCC, compreendendo um agente dispersante,

2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de GCC e de PCC, tais como preparadas durante a etapa 1),

3. concentração da suspensão aquosa dos carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados, tal como obtido após a etapa 2),

de um agente de co-trituração de acordo com a invenção, introduzido durante a etapa 2).

Este exemplo ilustra o caso de uma relação em peso seco GCC : PCC durante a etapa de co-trituração igual a 50 : 50.

Este exemplo ilustra também a variante preferencial que reside na utilização, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, de agentes dispersantes do PCC que são homopolímeros do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

- uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e o referido agente é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000

g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

- um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

5 Por fim, este exemplo ilustra igualmente as suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com a invenção.

De acordo com a etapa 1a) do referido processo, começa-se preparando uma suspensão aquosa de GCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica, usando 0,27% em peso seco em relação ao peso seco de GCC de um poliacrilato.

10 Esta suspensão:

- possui um extrato seco igual 74,5% (expresso em porcentagem em peso seco de GCC em relação ao peso total da suspensão);

15 - apresenta características granulométricas tais como 43,2% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de GCC é igual a 1,2 μm ;

De acordo com a etapa 1b) do referido processo, prepara-se igualmente uma suspensão aquosa de PCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica.

Esta suspensão:

20 - possui um extrato seco igual 51,5% (expresso em porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso total da suspensão);

- apresenta características granulométricas tais como 65,6% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de PCC é igual a 0,82 μm ;

25 - e contém um agente dispersante (que ilustra a variante preferencial da invenção), em uma quantidade igual a 0,70% em peso seco do referido agente em relação ao peso seco de PCC.

De acordo com a etapa 2) do referido processo, co-tritura-se em seguida as duas suspensões de acordo com os métodos bem conhecidos do

versado na técnica.

A relação em peso seco GCC : PCC durante esta etapa é igual a 50 : 50.

5 Introduz-se durante esta etapa uma quantidade de agente de co-trituração igual a 0,8% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

De acordo com a etapa 3) do referido processo, concentra-se a suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados obtida após a etapa 2).

Teste no. 22

10 Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

15 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

20 Ele emprega igualmente, durante a etapa 2) um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, não neutralizado, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,16.

Teste no. 23

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC₅ tal como definido na introdução deste exemplo.

25 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Ele emprega igualmente, durante a etapa 2) um agente de co-

trituração que é uma mistura, da qual 38% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio :

- de 83% em peso seco de um homopolímero do ácido acrílico, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4,

- de 17% em peso seco de um homopolímero do ácido acrílico obtido por polimerização RAFT (de acordo com método como descrito no documento FR 2 821 620), de peso molecular igual a 7 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 1,68.

10 Teste no. 24

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

15 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,4.

Ele emprega igualmente, durante a etapa 2) um agente de co-trituração que é uma mistura:

20 - de 50% em peso seco de um homopolímero do ácido acrílico, não neutralizado, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,16,

25 - e de 50% em peso seco de uma mistura da qual 38% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, a referida mistura sendo constituída:

- de 83% em peso seco de um homopolímero do ácido acrílico, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,4,

- de 17% em peso seco de um homopolímero do ácido acrílico

obtido por polimerização RAFT (de acordo com método como descrito no documento FR 2 821 620), de peso molecular igual a 7 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 1,68,

5 Para cada um dos testes no. 22 a 24, mede-se em seguida os mesmos parâmetros que os medidos para os exemplos precedentes. O conjunto destes resultados é relatado na tabela 5.

Tabela 5

Teste nº		22	23	24
suspensão de GCC e de PCC obtida após a etapa 3)	% < 1 µm	96,8	97,4	97,4
	d ₅₀ (µm)	0,286	0,287	0,283
	ES (%)	71,7	72,3	71,6
	VB (t ₀) (mPa.s)	2 100	1 900	1 870
	VB (t ₈) (mPa.s)	5 200	6 600	5 700

10 Características das suspensões aquosas de GCC e de PCC obtidos após a etapa de concentração, com as abreviaturas tais como definidas nos exemplos precedentes

Estes resultados demonstram portanto que os agentes de co-trituração da invenção, em combinação com os agentes de dispersão particulares do PCC da invenção, permitem resolver o problema técnico que se coloca ao versado na técnica, tal como já explicitado acima.

15 Exemplo 6

Este exemplo ilustra a utilização, no processo de fabricação de GCC e de PCC co-triturados compreendendo as etapas de :

1. preparação

20 (a) de uma suspensão aquosa de GCC, com um agente de auxiliar da trituração,

(b) e de uma suspensão aquosa de PCC, compreendendo um agente dispersante,

2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de GCC e de PCC, tais como preparadas durante a etapa 1),

3. concentração da suspensão aquosa dos carbonatos de cálcio natural e precipitado co-triturados, tal como obtido após a etapa 2),
de um agente de co-trituração de acordo com a invenção, introduzido durante a etapa 2) e durante a etapa 3).

5 Este exemplo ilustra o caso de uma relação em peso seco GCC : PCC durante a etapa de co-trituração igual a 50 : 50.

Este exemplo ilustra também a variante preferencial que reside na utilização, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, de agentes dispersantes do PCC que são homopolímeros do ácido acrílico,
10 reunindo todas as características seguintes :

- uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e o referido agente é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

- um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

Por fim, este exemplo ilustra igualmente as suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com a invenção.

20 e acordo com a etapa 1a) do referido processo, começa-se preparando uma suspensão aquosa de GCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica, usando 0,27% em peso seco de um poliacrilato em relação ao peso seco de GCC.

Esta suspensão:

25 - possui um extrato seco igual 74,6% (expresso em porcentagem em peso seco de GCC em relação ao peso total da suspensão);

- apresenta características granulométricas tais como 40,3% em peso das partículas de GCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de GCC é igual a 1,4 μm .

De acordo com a etapa 1b) do referido processo, prepara-se igualmente uma suspensão aquosa de PCC de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica.

Esta suspensão:

- 5 - possui um extrato seco igual 13,1% (expresso em porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso total da suspensão);
- apresenta características granulométricas tais como 19,9% em peso das partículas de PCC têm um diâmetro inferior a 1 μm , e tais como o diâmetro mediano das referidas partículas de PCC é igual a 1,43 μm ;
- 10 - e contém um agente dispersante (que ilustra a variante preferencial da invenção), em uma quantidade igual a 0,54% em peso seco do referido agente em relação ao peso seco de PCC.

De acordo com a etapa 2) do referido processo, co-tritura-se em seguida as duas suspensões de acordo com os métodos bem conhecidos do versado na técnica.

A relação em peso seco GCC : PCC durante esta etapa é igual a 50 : 50.

Introduz-se durante esta etapa uma quantidade de agente de co-trituração igual a 0,50% em peso seco em relação ao peso seco total de GCC e de PCC, depois 0,15% do mesmo agente ou de um outro agente durante a etapa 3).

De acordo com a etapa 3) do referido processo, concentra-se a suspensão aquosa de GCC e de PCC em presença de 0,15% em peso seco de um agente de co-trituração que é o mesmo que o empregado durante a etapa 2).

Teste no. 25

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,3.

5 Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, não neutralizado, de peso molecular igual com 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,09.

Teste no. 26

10 Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

15 Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC um copolímero (ácido acrílico : ácido metacrílico) (90 : 10 em peso), obtido por polimerização RAFT (de acordo com método como descrito no documento FR 2 821 620), do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 1,8.

20 Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3), um agente de co-trituração que é um homopolímero do ácido acrílico, não neutralizado, de peso molecular igual a 5 600 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,09.

Teste no. 27

25 Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular

igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,3.

Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3) um agente de co-trituração que é um copolímero (ácido acrílico : fosfato de metacrilato de etileno glicol) (90 : 10 em peso), do qual 40% das funções ácidas são neutralizadas pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,45.

Teste no. 28

Este teste ilustra a invenção, e ilustra a variante preferencial que consiste no emprego de um agente de dispersão particular para o PCC, tal como definido na introdução deste exemplo.

Ele emprega, durante a etapa 1b) de preparação da suspensão de PCC, um homopolímero do ácido acrílico do qual 100% em mol das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 12 000 g/mol, e de índice de polimolecularidade igual a 2,3.

Ele emprega igualmente, durante as etapas 2) e 3) um agente de co-trituração que é um copolímero (ácido acrílico : ácido metacrílico) (90 : 10 em peso), do qual 40% das funções ácidas são neutralizados pelo hidróxido de sódio, de peso molecular igual a 5 000 g/mol de índice de polimolecularidade igual a 2,45.

Para cada um dos testes no. 25 a 28, mede-se em seguida os mesmos parâmetros que os medidos para os exemplos precedentes. O conjunto destes resultados, as características principais dos agentes de co-trituração utilizados para a co-trituração de GCC e de PCC, e as características dos agentes dispersantes utilizados para a dispersão do PCC, são relatados na tabela 6.

Tabela 6 :

Teste n		25	26	27	28
Agente de dispersão de PCC usado durante a etapa 1b)	natureza	aa	aa/ama	aa	aa
	neutralização	100 Na	100 Na	100 Na	100 Na
	NI, (g/mole)	12 000	12 000	12 000	12 000
	I _n	2,3	1,8	2,3	2,3
agente de co-trituração de GCC e de PCC usado durante as etapas 2) e 3)	natureza	aa	aa	aa/po4maeg	aa/ama
	neutralização	O	O	40 Na	40 Na
	NI, (g/mole)	5 600	5 600	5 000	5 000
	I _n	2,09	2,09	2,45	2,45
suspensão de GCC e de PCC obtida após a etapa 3)	% < 1 um	97,5	97,1	97,7	97,4
	dso (um)	0,292	0,292	0,299	0,293
	ES (%)	73,7	73,9	74,0	74,0
	V _B (t _o) (mPa.□)	3 300	1 400	2 000	2 000
	V _B (t _g) (mPa.S□)	4 100	1 700	4 800	4 300

Características dos agentes de co-trituração de GCC e de PCC, dos agentes de dispersão do PCC, das suspensões aquosas de GCC e de PCC obtidos após a etapa de concentração, com as abreviações tais como definidas nos exemplos precedentes, e com :

- aa/ama : copolímero (ácido acrílico : ácido metacrílico) (90/10 em peso),

- aa/po4maeg : copolímero (ácido acrílico : fosfato de metacrilato de etileno glicol) (90 : 10 em peso).

Estes resultados demonstram portanto que os agentes de co-trituração da invenção, em combinação com os agentes de dispersão particulares do PCC da invenção, permitem resolver o problema técnico que se coloca ao versado na técnica, como já foi explicitado acima.

REIVINDICAÇÕES

1- Utilização de um agente de co-trituração caracterizada pelo fato de que é em um processo de fabricação de GCC e de PCC co-triturados, compreendendo as etapas de :

5 1. preparação

(a) de uma suspensão aquosa de CGC, compreendendo eventualmente pelo menos um agente dispersante e/ou pelo menos um agente de auxiliar da trituração,

10 (b) e de uma suspensão aquosa de PCC, compreendendo eventualmente pelo menos um agente dispersante,

2. co-trituração das referidas suspensões aquosas de GCC e de PCC, tais como preparadas durante a etapa 1),

3. eventualmente concentração da suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados, tal como obtido após a etapa 2),

15 4. eventualmente secagem da suspensão aquosa de GCC e de PCC co-triturados, tal como obtido após a etapa 2) ou 3),

em que:

20 (a) o referido agente é constituído de pelo menos um homopolímero e/ou de pelo menos um copolímero do ácido acrílico, parcialmente neutralizado, e cuja taxa de neutralização molar das funções ácidas é inferior a 75% da totalidade das funções ácidas,

(b) e em que ele é introduzido :

- entre a etapa 1) e a etapa 2), na suspensão aquosa de GCC preparada na etapa 1a) e/ou na suspensão aquosa de PCC preparada na etapa

25 1b) e/ou na mistura destas duas suspensões,

- e/ou durante a etapa 2) de co-trituração,

- e eventualmente entre a etapa 2) e a etapa 3),

- e eventualmente durante a etapa 3).

2 - Utilização de acordo com reivindicação 1, caracterizada

pelo fato de que se emprega de 0,5% a 2% em peso seco do agente de co-trituração em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

3. Utilização, de acordo com uma das reivindicações 1 ou 2, caracterizada pelo fato de que o agente de co-trituração apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas inferior a 75%, preferivelmente inferior a 50%, e muito preferivelmente inferior a 20% da totalidade das funções ácidas.

4. Utilização, de acordo com uma das reivindicações 1 a 3, caracterizada pelo fato de que o agente de co-trituração é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, os hidróxidos, os óxidos de cálcio e de magnésio, o amoníaco ou suas misturas, preferivelmente pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, o amoníaco ou suas misturas, e muito preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

5. Utilização, de acordo com uma das reivindicações 1 a 4, caracterizada pelo fato de que o agente de co-trituração apresenta um peso molecular compreendido entre 4 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente compreendido entre 4 000 g/mol 10 000 g/mol.

6. Utilização, de acordo com uma das reivindicações 1 com 5, caracterizada pelo fato de que o agente de co-trituração apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 3,5, preferivelmente entre 1,5 e 2,5.

7. Utilização, de acordo com uma das reivindicações 1 com 6, caracterizada pelo fato de que o agente de co-trituração, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros

com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2-metil-propano- sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

8. Utilização, de acordo com uma das reivindicações 1 com 7, caracterizada pelo fato de que suspensão aquosa de PCC preparada durante a etapa 1b), contém pelo menos um agente dispersante do PCC que é um homopolímero e/ou um copolímero do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

- uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e que é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

- um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

9. Utilização, de acordo com reivindicação 8, caracterizada pelo fato de que se emprega na suspensão aquosa de PCC preparada na etapa 1b), de 0,5% a 2%, preferivelmente de 0,5% a 1% em peso seco do agente de dispersão do PCC em relação ao peso seco de PCC.

10. Utilização, de acordo com uma das reivindicações 8 ou 9,

caracterizada pelo fato de o agente de dispersão do PCC é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio, de potássio, o amoníaco ou suas misturas, e preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

11. Utilização, de acordo com uma das reivindicações 8 a 10, caracterizada pelo fato de que o agente dispersante empregado na suspensão de PCC preparada na etapa 1b), quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

12. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados, caracterizadas pelo fato de que elas contém pelo menos um agente de co-trituração de GCC e de PCC que é constituído de pelo menos um homopolímero e/ou de pelo menos um copolímero do ácido acrílico, parcialmente neutralizado, e cuja taxa de neutralização molar das funções ácidas é inferior a 75% da totalidade das funções ácidas.

13. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com reivindicação 12, caracterizadas em pelo fato de que elas contém de 0,5% a 2% em peso seco de agente de co- trituração de GCC e de PCC em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

5 14. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 ou 13, caracterizadas pelo fato de que o agente de co-trituração de GCC e de PCC apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas inferior a 75%, preferivelmente inferior a 50%, e muito preferivelmente inferior a 20% da totalidade das
10 funções ácidas.

15. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 14, caracterizadas pelo fato de que o agente de co-trituração de GCC e de PCC é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, os hidróxidos, os
15 óxidos de cálcio e de magnésio, o amoníaco ou suas misturas, preferivelmente pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, o amoníaco ou suas misturas, e muito preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

20 16. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 15, caracterizadas pelo fato de que o agente de co-trituração de GCC e de PCC apresenta um peso molecular compreendido entre 4 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 4 000 g/mol 10 000 g/mol.

25 17. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 16, caracterizadas pelo fato de que o agente de co-trituração de GCC e de PCC apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 3,5, preferivelmente entre 1,5 e 2,5.

18. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de

acordo com uma das reivindicações 12 a 16, caracterizadas pelo fato de que o agente de co-trituração de GCC e de PCC, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

19. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 18, caracterizadas pelo fato de que elas contém uma porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso seco total de GCC e de PCC, compreendido entre 10% e 90%, preferivelmente entre 20% e 80%, muito preferivelmente entre 30% e 70%.

20. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 19, caracterizadas pelo fato de que elas contém uma porcentagem em peso seco total de PCC e de GCC, em relação ao peso total da suspensão, superior a 70%, preferivelmente superior a 72%, muito preferivelmente superior a 74%.

21. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 20, caracterizadas pelo fato de que as partículas de GCC e de PCC que elas contém apresentam um fator de distribuição ($100 \times d_{30}/d_{70}$, onde d_x designa o diâmetro médio tal que x% em peso das partículas têm um diâmetro inferior a este diâmetro médio) superior a 30, preferivelmente superior a 40, muito preferivelmente superior a 45.

22. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 21, caracterizadas pelo fato de que as partículas de GCC e de PCC que elas contém apresentam um diâmetro mediano inferior a 0,7 μm , preferivelmente inferior a 0,5 μm , muito preferivelmente inferior a 0,3 μm .

23. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 22, caracterizadas pelo fato de que elas contém pelo menos um agente dispersante do PCC que é um homopolímero e/ou um copolímero do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

- uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das funções ácidas, e que é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14 000 g/mol;

- um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

24. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com reivindicação 23, caracterizadas pelo fato de que elas contém de 0,5% a 2%, preferivelmente de 0,5% a 1% em peso seco do referido agente dispersante do PCC em relação ao peso seco de PCC.

25. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 23 ou 24, caracterizadas pelo fato de que

o agente dispersante do PCC é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio, de potássio, o amoníaco ou suas misturas, e preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

26. Suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 23 a 25, caracterizadas pelo fato de que o agente de dispersão do PCC, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como anidrido malônico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

27. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados caracterizados pelo fato de que eles contêm pelo menos um agente de co-trituração de GCC e de PCC que é pelo menos um homopolímero e/ou pelo menos um copolímero do ácido acrílico, parcialmente neutralizado, e cuja taxa de neutralização molar das funções ácidas é inferior a 75% da totalidade das funções ácidas.

28. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com reivindicação 27, caracterizados pelo fato de que eles contêm uma porcentagem em peso seco de PCC em relação ao peso seco total de GCC e de PCC, compreendido entre 10% e 90%, preferivelmente entre 20% e 80%,
5 muito preferivelmente entre 30% e 70%.

29. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 27 ou 28, caracterizados pelo fato de que eles contêm de 0,5% a 2% em peso seco do referido agente de co- trituração de GCC e de PCC em relação ao peso seco total de GCC e de PCC.

10 30. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 27 a 29, caracterizados pelo fato de que o agente de co-trituração de GCC e de PCC apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas inferior a 75%, preferivelmente inferior a 50%, e muito preferivelmente inferior a 20% da totalidade das funções ácidas.

15 31. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 27 a 30, caracterizados pelo fato de que o agente de co-trituração de GCC e de PCC é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, os hidróxidos, os óxidos de cálcio e de magnésio, o amoníaco ou suas misturas, preferivelmente
20 pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio e de potássio, o amoníaco ou suas misturas, e preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

32. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 27 a 31, caracterizados pelo fato de que o agente
25 de co-trituração de GCC e de PCC apresenta um peso molecular compreendido entre 4 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 4 000 g/mol 10 000 g/mol.

33. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 27 a 32, caracterizados pelo fato de que o agente

de co-trituração de GCC e de PCC apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 3,5, preferivelmente entre 1,5 e 2,5.

34. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 27 a 33, caracterizados pelo fato de que o agente de co-trituração de GCC e de PCC, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2-metil-propileno-sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

35. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 27 a 34, caracterizados pelo fato de que eles contêm também pelo menos um agente dispersante do PCC que é um homopolímero e/ou um copolímero do ácido acrílico, reunindo todas as características seguintes :

- ele apresenta uma taxa de neutralização molar das funções ácidas superior a 80%, preferivelmente superior a 90% da totalidade das

funções ácidas, e é muito preferivelmente totalmente neutralizado;

- ele apresenta um peso molecular compreendido entre 10 000 g/mol 15 000 g/mol, preferivelmente entre 12 000 g/mol 14000 g/mol;

5 - ele apresenta um índice de polimolecularidade compreendido entre 1,5 e 2,5.

36. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com reivindicação 35, caracterizados pelo fato de que eles contêm de 0,5% a 2%, preferivelmente de 0,5% a 1% em peso seco do referido agente dispersante do PCC em relação ao peso seco de PCC.

10 37. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 35 ou 36, caracterizados pelo fato de que o agente de dispersão do PCC é neutralizado pelos hidróxidos, os carbonatos, os hidrogenocarbonatos de sódio, de potássio, o amoníaco ou suas misturas, e preferivelmente pelo hidróxido de sódio.

15 38. Pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 35 a 37, caracterizados pelo fato de que o agente de dispersão do PCC, quando se trata de um copolímero do ácido acrílico, comporta pelo menos um outro monômero que o ácido acrílico selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função
20 monocarboxílica tais como o ácido metacrílico, ou ainda os hemiésteres de diácidos tais como os monoésteres em C₁ a C₄ dos ácidos maleico ou itacônico, ou suas misturas, ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e função dicarboxílica tais como o ácido crotônico, isocrotônico, cinâmico, itacônico, maleico, ou ainda os anidridos de ácidos
25 carboxílicos, tais como o anidrido maleico ou selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função sulfônica tais como o ácido 2-acrilamido-2-metil-propano-sulfônico, o metalilsulfonato de sódio, o ácido vinil sulfônico e o ácido estireno sulfônico ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfórica tais

como o ácido vinil fosfórico, o fosfato de metacrilato de etileno glicol, o fosfato de metacrilato de propileno glicol, o fosfato de acrilato de etileno glicol, o fosfato de acrilato de propileno glicol e seus etoxilatos ou bem ainda selecionado dentre os monômeros com insaturação etilênica e com função fosfônica tais como o ácido vinil fosfônico, ou suas misturas.

5

39. Utilização de suspensões aquosas de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 12 a 26, caracterizada pelo fato de ser na fabricação do papel e notadamente no revestimento da folha de papel e na fabricação da folha de papel, e na fabricação de tintas.

10

40. Utilização de pigmentos secos de GCC e de PCC co-triturados de acordo com uma das reivindicações 27 a 38, caracterizada pelo fato de ser na fabricação do papel e notadamente no revestimento da folha de papel e na fabricação da folha de papel, na fabricação de tintas, de borrachas e de plásticos.

RESUMO

"UTILIZAÇÕES DE UM AGENTE DE CO-TRITURAÇÃO E DE
SUSPENSÕES AQUOSAS E DE PIGMENTOS SECOS DE GCC E DE
PCC CO-TRITURADOS E SUSPENSÕES AQUOSAS E PIGMENTOS
5 SECOS DE GCC E DE PCC CO-TRITURADOS"

A invenção consiste na utilização, em um processo de
fabricação de GCC e de PCC co-triturados em água, de um agente de co-
trituração caracterizado pelo fato de que: a) ele é constituído de pelo menos
um homopolímero e/ou de um copolímero do ácido acrílico, parcialmente
10 neutralizado, cuja taxa de neutralização molar é inferior a 75% da totalidade
das funções ácidas, b) e em que ele é introduzido : durante a etapa de
preparação das suspensões aquosas de GCC e de PCC, e/ou durante a etapa de
co-trituração, e eventualmente entre a etapa de co-trituração e uma outra etapa
de concentração, e eventualmente durante esta outra etapa de concentração. A
15 invenção reside também nas suspensões aquosas de GCC e de PCC e os
pigmentos secos de GCC e de PCC resultantes, e na utilização destes produtos
em papel, tinta, borracha e plástico.