

Proceso para elaborar productos que contienen pigmentos blancos

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para elaborar productos que contienen pigmentos blancos y, más particularmente, se refiere al campo de tecnologías implementadas para separar pigmentos blancos e impurezas mediante flotación de espuma para la elaboración de los productos que contienen pigmentos blancos.
- 10 Los pigmentos son generalmente conocidos como materiales que cambian el color de la luz reflejada o transmitida como resultado de la absorción selectiva de longitud de onda. Este proceso físico difiere de la fluorescencia, fosforescencia, y otras formas de luminiscencia, en la que un material emite luz. Los pigmentos se utilizan para dar color, por ejemplo, pintura, tinta, plástico, tela, cosméticos, alimentos y otros materiales. La mayoría de los pigmentos utilizados son
- 15 colorantes secos, generalmente molidos en un polvo fino.

Los pigmentos blancos toman una posición especial en el campo de pigmentos debido a su relevancia industrial. Por ejemplo, en la industria del papel solo en Europa se utilizan más de 10 millones de toneladas por año de pigmentos blancos. Los pigmentos blancos también se utilizan

20 en pinturas y recubrimientos. Especialmente cuando se elaboran pinturas de dispersión, los pigmentos blancos son el color base en el sistema de tinte.

Generalmente se obtienen pigmentos blancos de origen natural mediante minería. Sin embargo, generalmente tales pigmentos blancos contienen impurezas que inducen la descoloración tales como, por ejemplo, tonalidad gris o amarilla. Además, estas impurezas pueden afectar las

25 propiedades de los pigmentos blancos y, por lo tanto, llevan a desventajas considerables en su uso. Una alta cantidad de impurezas tales como, por ejemplo, silicatos dentro de los pigmentos blancos pueden aumentar las propiedades abrasivas. Por lo tanto, las impurezas y los pigmentos blancos tienen que separarse entre sí para obtener un producto que contiene pigmento blanco que

30 no está contaminado con impurezas, o lo está apenas marginalmente.

Se sabe en la técnica previa que se debe separar las impurezas de los minerales blancos mediante separación físico-química. El proceso de separación físico-química implica primero moler la roca metamórfica o sedimentaria y luego someter el material que contiene impurezas y

35 pigmentos blancos resultante a flotación de espuma en un entorno acuoso. La flotación de espuma convencional es un método altamente versátil conocido en la técnica previa para la separación

físico-química de partículas basándose en las diferencias en la capacidad de las burbujas de gas de adherirse de forma selectiva a superficies específicas en una suspensión acuosa que contiene el material que contiene impurezas y pigmentos blancos. Los pigmentos blancos con burbujas de aire unidas luego se llevan a la superficie y se quitan, mientras que las impurezas que permanecen
5 completamente humedecidas permanecen en la fase líquida.

Tal como se establece anteriormente, la base de la flotación de espuma convencional es la diferencia en la humectabilidad de los pigmentos blancos y las impurezas. Los pigmentos blancos pueden ser naturalmente hidrofóbicos, pero en general la hidrofobicidad se induce mediante
10 tratamientos químicos. Los tratamientos químicos para proporcionar una superficie hidrofóbica son esencialmente métodos para recubrir una superficie de partícula con una capa de compuestos adecuados.

Sin embargo, la flotación convencional tiene una desventaja considerable: como se mencionó
15 anteriormente, los tratamientos químicos como agentes colectores se utilizan para volver hidrofóbicas las superficies de los pigmentos blancos para separar estas partículas mediante burbujeo de gas. Estos agentes colectores se absorben en la superficie de los pigmentos blancos y, por lo tanto, modifican las propiedades de los pigmentos. Sin embargo, esta modificación puede no ser deseable en el siguiente uso de los pigmentos blancos en papel, plásticos, pintura,
20 recubrimientos, concreto, cemento, cosmética, tratamiento de agua, alimentos, industria farmacéutica, tinta y/o aplicaciones agrícolas, donde preferentemente el producto que contiene el pigmento blanco se utiliza en un proceso de acabado en húmedo de una máquina de papel, en papel de cigarrillo, cartón, y/o aplicaciones de recubrimiento, o como un soporte para el huecograbado y/o impresión en offset y/o por inyección y/o impresión por inyección continua y/o
25 flexografía y/o electrografía y/o superficies de decoración. Además, la flotación directa de los pigmentos blancos deseados es desfavorable debido a razones de calidad y económicas.

De manera alternativa, uno puede considerar utilizar flotación de espuma inversa/indirecta para separar los pigmentos blancos y las impurezas. En contraste con la flotación convencional, en la
30 que los pigmentos deseables flotan directamente y son recolectados de la espuma producida, la flotación inversa (indirecta) pretende que las impurezas no deseables preferentemente floten o sean quitadas, dejando atrás una suspensión que ha sido concentrada con respecto a los pigmentos blancos deseables. También durante la flotación inversa los agentes recolectores se utilizan para volver hidrofóbicas las impurezas.

Los métodos correspondientes que utilizan agentes recolectores en flotación de espuma inversa ya son conocidos, una clase de agentes colectores son esterquats.

5 US 3,990,966 se refiere a un proceso húmedo para purificar mena de calcita mediante molido y formar una suspensión de mena de calcita, separando dichas impurezas de la suspensión de calcita mediante flotación de las impurezas de esta en la presencia de un agente de flotación, clasificando la suspensión de calcita resultante, conformando la calcita clasificada en un espesante y secando el producto. Como agente de flotación un tensioactivo catiónico que se selecciona del grupo que consiste en (a) 1-hidroxietil-2-heptadecenil glioxalidina, (b) 1-hidroxietil-2-
10 alquilimidazolinas y (c) derivados de sal de dicha imidazolina, donde la parte alquilo de la imidazolina es la parte alquilo de un ácido graso de tal longitud que dicho tensioactivo es líquido tal como se utiliza.

15 CA 1 187 212 se refiere a un proceso para purificar una mena de carbonato que contiene silicatos mediante flotación, donde la mena es sometida a molido a una fineza suficiente para liberar las impurezas. El recolector es un reactivo catiónico que se selecciona del grupo que consiste en las siguientes aminas cuaternarias: a) dimetil dialquilo con 8 a 16 átomos de carbono en los radicales alquilo, dichos radicales alquilo son alifáticos saturados o insaturados, normales o ramificados; b) dimetil alquil bencilo con 10 a 22 átomos de carbono en el alquilo radical que es un alifático
20 normal; c) bis-imidazolina que contiene 12 a 18 átomos de carbono en los radicales alquilo que normalmente son alifáticos saturados o insaturados; d) sales derivadas de aminas cuaternarias a), b) y c).

25 WO 2008/084391 A1 se refiere a un proceso para purificación de minerales que comprenden carbonato de calcio que comprende al menos una etapa de flotación, caracterizado porque esta etapa implementa al menos un compuesto de metosulfato imidazolina cuaternaria como agente recolector.

30 WO 2008/089906 A1 se refiere a un proceso para la flotación de minerales o menas no sulfídicas, en los que minerales o menas crudas molidas se mezclan con agua y un recolector para formar una suspensión. Se introduce aire en la suspensión en la presencia de un sistema de reactivos y una espuma flotante que contiene dicho mineral o mena no sulfídica formada en este junto con un residuo de flotación que comprende la ganga, donde la mejora comprende utilizar como recolector los esterquats poliméricos, que se obtienen al reaccionar alcanolaminas con una mezcla de ácidos
35 monocarboxílicos y ácidos dicarboxílicos y cuaternizar los ésteres resultantes de forma conocida,

opcionalmente luego de la alcoxilación.

WO 2011/147855 A2 se refiere al uso de un producto de éster cuaternario polimérico como un recolector en un proceso de flotación de espuma, a un método para la flotación de espuma que utiliza el éster cuaternario polimérico, al éster cuaternario polimérico como tal, y a los métodos para la producción del éster cuaternario polimérico.

WO2010/051895 A1 se refiere al uso de una composición de A) al menos un compuesto de amoníaco cuaternario que comprende al menos un radical orgánico unido al átomo de nitrógeno de amoníaco y que opcionalmente comprende heteroátomos y que tiene de 1 a 36 átomos de carbono, y B) al menos un éster de amina alcoxilato de la fórmula (1) o una sal de este, donde A, B son, independientemente uno de otro, un radical R1 de alquileo C2-C5, un radical de alquilo C8-C24 o radical R2, R3, R4 de alqueno independientes unos de otros, H, o un radical de acilo C8-C24, con la estipulación de que al menos uno de los radicales R2, R3 o R4 represente un radical de acilo C8-C24, y x, y, z, independientemente unos de otros, representan un número entero de 0 hasta 50, con la estipulación de que $x + y + z$ sea un número entero de 1 hasta 100, en cantidades de 10 hasta 5 000 g/tonelada de mena como un recolector en flotación de silicato.

EP 2 659 028 A1 se refiere al uso de un producto que se obtiene mediante la reacción de un ácido graso, o la mezcla de ácidos, que tienen la fórmula R_1COOH (I); y un ácido dicarboxílico o un derivado de este que tiene la fórmula (IIa) o (IIb) con una amina grasa alcoxilada que tiene la fórmula (III) o un derivado parcial o totalmente cuaternizado de este; opcionalmente dicha reacción entre el ácido graso, el ácido dicarboxílico y la amina grasa alcoxilada es seguida por una etapa de reacción adicional donde parte o todos los átomos de nitrógeno son cuaternizados por la reacción con un agente de alquilación R_5X ; como un inhibidor de corrosión para superficies de metal.

US 5,720,873 se refiere a un método para limpiar la mena de carbonato de calcio que contiene impurezas de silicato, en la que un proceso de flotación de espuma se realiza en la presencia de un recolector catiónico específico.

AU 2167883 A se refiere a flotación de espuma de carbono medido efectuado en un medio acuoso que contiene un recolector de gasolina y un acondicionador que comprende un producto formado al condensar 1 mol de una alcanolamina (I) con ≥ 0.8 mol de un ácido graso o éster de ácido graso, o un derivado ácido de tal producto.

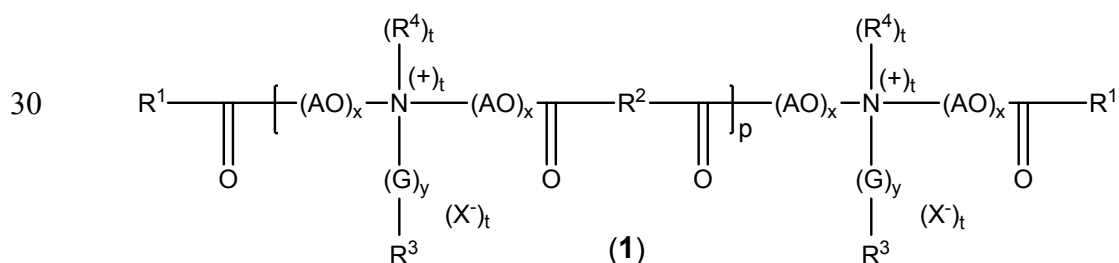
- WO 00/62937 A1 se refiere a un proceso de flotación de espuma en el que los silicatos están separados de una mena de hierro en la presencia de un recolector que contiene un compuesto de amonio cuaternario específico. Este recolector tiene una elevada selectividad para concentrar silicatos en el producto de espuma, mientras que un elevado rendimiento de minerales de hierro se mantiene en el concentrado o concentrados inferiores.
- WO 97/26995 A1 se refiere al uso de los llamados ésteres cuaternarios como una ayuda para la flotación de minerales no sulfídicos.
- US 4,995,965 se refiere a un proceso para purificar la mena del carbonato de calcio mediante la extracción de impurezas de silicato de la mena mediante flotación inversa. El proceso logra rendimientos elevados y bajo contenido insoluble de ácido del producto de carbonato de calcio al emplear recolectores específicos.
- CN 101337204 A se refiere a compuestos de amonio bicuaternarios en flotación de minerales de silicato, y un recolector específico que aplica un compuesto de amonio bicuaternario específico en desiliconización de flotación inversa de bauxita o siderosa.
- CN 101816981 A se refiere a un recolector catiónico de aminas ecológico específico y un método de uso de este.
- EP 1 584 674 A1 se refiere a un concentrado de esterquat adecuado para la producción de suavizantes de ropa a temperaturas inferiores que comprende a) un compuesto de esterquat; b) un solvente orgánico; c) agua; d) un modificador de pH.
- EP 1 806 392 A1 se refiere a composiciones acuosas que contienen un esterquat específico o mezclas de esterquats específicos.
- EP 1 876 224 A1 se refiere a una formulación suavizante estable, homogénea y viscosa que contiene menos de 50 % en peso de un compuesto esterquat específico.
- US 2005/0189113 A1 se refiere a fluidos de tratamiento ácido que comprenden un fluido ácido y un compuesto de amonio cuaternario que contiene ésteres ("esterquat") y métodos de su uso.
- EP 2 700 680 A1 se refiere a un proceso para elaborar productos que contienen pigmentos

blancos. Los productos que contienen pigmentos blancos se obtienen de al menos un material que contiene impurezas y pigmentos blancos mediante flotación de espuma utilizando un agente recolector específico.

- 5 Sin embargo, los métodos de la técnica previa para elaborar productos mediante flotación de espuma inversa tienen numerosas desventajas. El uso de tales agentes recolectores es muy costoso. De manera adicional, muchos de los agentes recolectores conocidos causan espuma sin control en el proceso de flotación de espuma inversa. Además, muchos de los procesos de flotación de espuma inversa están limitados en que son selectivos, es decir, una parte considerable del producto deseado flota junto con las impurezas. También una gran cantidad de los agentes recolectores utilizados hasta el momento es considerada acuática y tóxica para el ambiente. Una desventaja adicional del agente recolector conocido es que se descomponen en condiciones de flotación y con eso pierden eficiencia.
- 10
- 15 Por lo tanto, existe una necesidad de un método mejorado para producir pigmentos blancos mediante flotación, cuyo método evita o reduce los problemas descritos anteriormente con relación a los métodos conocidos. Tal método mejorado de elaboración de pigmentos blancos a partir de un material que contiene impurezas y pigmentos blancos debería especialmente ser un método fácil de manejar y ecológico. Además la eficacia debería ser satisfactoria.
- 20 Al menos algunos de los objetos antemencionados han sido resueltos por la presente invención.

De acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso para elaborar productos que contienen pigmentos blancos, caracterizado en que dicho proceso comprende las siguientes etapas:

- 25 a) proporcionar al menos un material que contiene impurezas y pigmentos blancos;
- b) proporcionar al menos un agente recolector que se selecciona del grupo que consiste en compuestos de la fórmula (1)



donde;

- 35 R¹CO representa un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o insaturado que tiene de 8 a 24

átomos de carbono;

R² se selecciona del grupo que consiste en

i) enlace directo,

ii) una cadena de hidrocarburo saturado o insaturado, lineal o ramificado C₁-C₂₀,

5 opcionalmente sustituido por uno o más grupos -OH, uno o más grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquenileo y/o un grupo arileno, preferentemente

A) un radical de alquileo que tiene de 1 a 20, más preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente un radical de alquileo sustituido, donde dicho radical de alquileo sustituido está sustituido por 1 o 2 grupos -OH, 1 o 2 grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquenileo y/o un grupo arileno o

B) un radical de alquenileo que tiene de 1 a 20, preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente un radical de alquenileo sustituido, donde dicho radical de alquenileo sustituido está sustituido por 1 o 2 grupos -OH, 1 o 2 grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquenileo y/o un grupo arileno;

15 R³ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula R⁵-O-(A'O)_w-T-, donde;

R⁵ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

w es un número dentro del intervalo de 0 a 20;

A'O es un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono; y

20 T representa un grupo alquileo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

R⁴ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo o un grupo bencilo;

AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono;

X representa un anión que deriva de un agente alquilante R⁴X, donde X representa halógeno, sulfato o carbonato;

25 x es un número dentro del intervalo de 1 a 20;

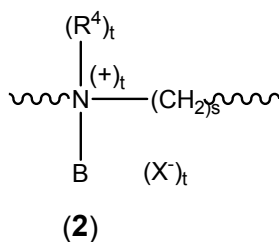
p es un número dentro del intervalo de 1 a 15;

t es 0 o 1;

y es 0 o 1; y

G representa un grupo de la fórmula (2);

30



35

donde;

B representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o

representa un grupo bencilo;

s es 1, 2 o 3;

5 $\mathbb{R}^4$, X y t son tal como se definen anteriormente;

N^+ está conectado a R^3 en la fórmula (1); y

(CH₂)_s está conectado al átomo de nitrógeno cuaternario en la fórmula (1);

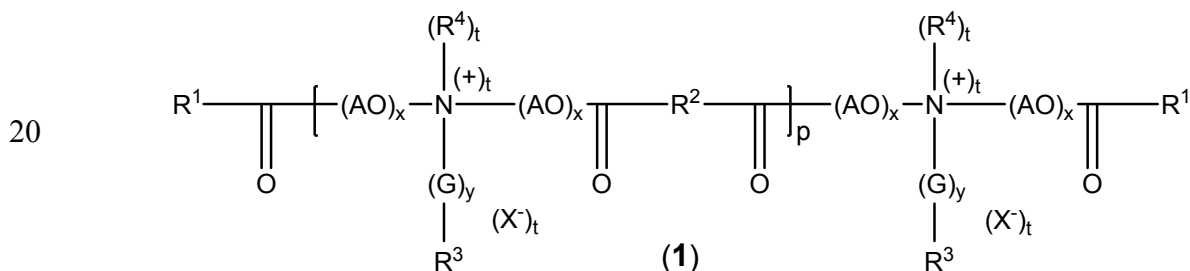
c) mezclar dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) y dicho agente recolector de la etapa b) en un entorno acuoso para formar una suspensión acuosa;

10 d) pasar gas a través de la suspensión formada en la etapa c);

e) recuperar el producto que contiene pigmentos blancos al extraer la fase que porta pigmentos blancos de la suspensión acuosa obtenida luego de la etapa d).

Los inventores descubrieron sorprendentemente que el proceso para elaborar productos que

15 contienen pigmentos blancos de al menos un material que contiene impurezas y pigmentos
blancos y al menos un agente recolector de acuerdo con la fórmula (1)



es ventajoso por que los agentes recolectores antemencionados se unen mucho más eficazmente a la superficie de las impurezas que a la superficie de los pigmentos blancos. Además, los agentes recolectores de acuerdo con la presente invención muestran una estabilidad elevada y no se descomponen en cantidades críticas en condiciones de flotación.

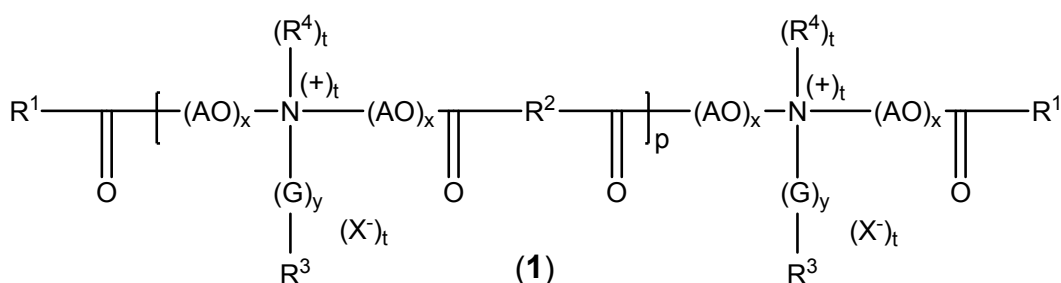
Por lo tanto, el proceso de flotación inventivo es muy eficaz en comparación con procesos de técnica previa conocidos. Además, el proceso de flotación inventivo es muy ecológico dado que los agentes recolectores utilizados son menos tóxicos en comparación con agentes recolectores de la técnica previa. Los productos que contienen pigmentos blancos obtenidos del proceso inventivo muestran buen brillo y tienen un índice amarillo bajo.

35 Un segundo aspecto de la presente invención se refiere al uso de la fase que porta pigmentos

blancos obtenida mediante el proceso inventivo en papel, plástico, pintura, recubrimientos, concreto, cemento, cosmética, tratamiento de agua, alimentos, industria farmacéutica, tinta y/o aplicaciones agrícolas. El producto que contiene pigmentos blancos se utiliza preferentemente en un proceso de acabado en húmedo de una máquina de papel, en papel de cigarrillo, cartón, y/o aplicaciones de recubrimiento, o como un soporte para el huecograbado y/o impresión en offset y/o por inyección y/o impresión por inyección continua y/o flexografía y/o electrografía y/o superficies de decoración.

De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se proporciona un proceso para elaborar productos que contienen pigmentos blancos, caracterizado en que dicho proceso comprende las siguientes etapas:

- proporcionar al menos un material que contiene impurezas y pigmentos blancos;
- proporcionar al menos un agente recolector que se selecciona del grupo que consiste en compuestos de la fórmula (1)



donde;

R¹CO representa un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o insaturado que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

R² se selecciona del grupo que consiste en un enlace directo, un radical de alquileo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un radical de alquileo sustituido, donde dicho radical de alquileo es sustituido por 1 o 2 grupos -OH, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquilenilo y un grupo arileno;

R³ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula R⁵-O-(A'O)_w-T-, donde;

R⁵ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

w es un número dentro del intervalo de 0 a 20;

A'O es un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono; y

T representa un grupo alquileo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

R⁴ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo o un grupo bencilo;

AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono;

X representa un anión que deriva de un agente alquilante R^4X ;

x es un número dentro del intervalo de 1 a 20;

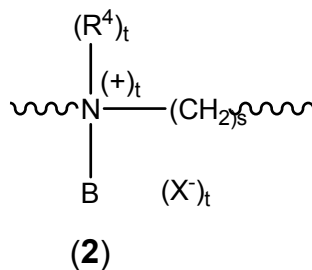
p es un número dentro del intervalo de 1 a 15;

5 t es 0 o 1;

y es 0 o 1; y

G representa un grupo de la fórmula (2);

10



donde;

15 B representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o

representa un grupo bencilo;

s es 1, 2 o 3;

R^4 , X y t son tal como se definen anteriormente;

N^+ está conectado a R^3 en la fórmula (1); y

20 $(\text{CH}_2)_s$ está conectado al átomo de nitrógeno cuaternario en la fórmula (1);

c) mezclar dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) y dicho agente recolector de la etapa b) en un entorno acuoso para formar una suspensión acuosa;

d) pasar gas a través de la suspensión formada en la etapa c);

e) recuperar el producto que contiene pigmentos blancos al extraer la fase que porta pigmentos

25 blancos de la suspensión acuosa obtenida luego de la etapa d).

En las subreivindicaciones correspondientes se definen modalidades beneficiosas de la presente invención.

30 De acuerdo con una modalidad, el proceso implica una etapa de flotación indirecta que lleva a la formación de una espuma que contiene las impurezas y una fase que porta el pigmento blanco con el producto que contiene pigmentos blancos.

De acuerdo con otra modalidad, el pigmento blanco es un pigmento de mineral blanco,
35 preferentemente seleccionado del grupo que consiste en carbonato de calcio natural o carbonato

de calcio molido, material mineral que comprende carbonato de calcio, dolomita, barita, óxido de aluminio, dióxido de titanio y mezclas de lo antemencionado.

5 De acuerdo con otra modalidad, el pigmento mineral blanco es un carbonato de metal alcalinotérreo, preferentemente un carbonato de calcio y con mayor preferencia carbonato de calcio molido (GCC).

10 De acuerdo con otra modalidad, el material que contiene pigmentos blancos comprende impurezas que se seleccionan del grupo que consiste en sulfuros de hierro, óxidos de hierro, grafito, silicatos y mezclas de estos. El silicato se puede seleccionar del grupo que consiste en cuarzo, una mica, una anfibolita, un feldespato, un mineral de arcilla y mezclas de estos, y preferentemente es cuarzo.

15 De acuerdo con otra modalidad, el silicato es un silicato de color blanco que se selecciona del grupo que consiste en wollastonita, caolín, arcilla caolinítica, arcilla caolinítica calcinada, montmorillonita, talco, tierra de diatomeas, sepiolita y mezclas de estos.

20 De acuerdo con otra modalidad, la cantidad de pigmento blanco en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) es de 0.1 a 99.9 % en peso, basándose en el peso seco, preferentemente de 30 a 99.7 % en peso, más preferentemente de 60 a 99.3 % en peso y con mayor preferencia de 80 a 99 % en peso, basándose en el peso seco.

25 De acuerdo con otra modalidad, la relación del pigmento blanco: impurezas en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) es de 0.1:99.9 a 99.9:0.1, basándose en el peso seco, preferentemente de 30:70 a 99.7: 0.3, más preferentemente de 60:40 a 99.3:0.7, y con mayor preferencia de 80:20 a 99:1, basándose en el peso seco.

30 De acuerdo con otra modalidad, el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) tiene un diámetro de grano mediano en peso en el intervalo de 1 a 1 000 μm , preferentemente de 3 a 700 μm , más preferentemente de 5 a 500 μm y con mayor preferencia de 10 a 80 μm o de 100 a 400 μm .

De acuerdo con aun otra modalidad el compuesto de la fórmula (1) se caracteriza de la siguiente forma:

35 R^1CO se selecciona del grupo que consiste en un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o

no saturado que tiene de 12 a 24, preferentemente de 14 a 24 átomos de carbono y más preferentemente de 16 a 24 átomos de carbono;

R² representa un radical alquileo que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, más preferentemente 4 átomos de carbono;

R³ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 12 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula R⁵-O-(A'O)_w-T-; donde

R⁵ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 12 a 24 átomos de carbono;

w es un número que varía de 0 a 10, preferentemente de 0 a 3;

A'O representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono; y

T representa un grupo alquileo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 2 a 3 átomos de carbono;

R⁴ representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono;

X representa halógeno, sulfato o carbonato;

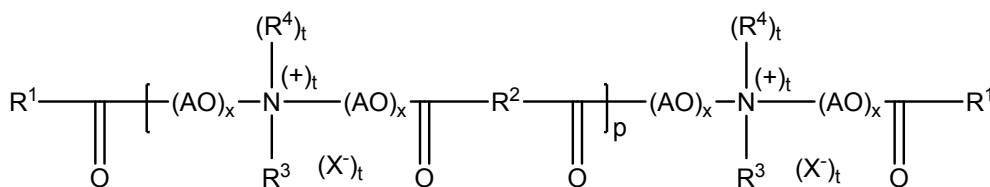
AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono, preferentemente que tiene 2 átomos de carbono;

x es un número dentro del intervalo de 1 a 10; más preferentemente dentro del intervalo de 1 a 6; y

p es un número dentro del intervalo de 1 a 10; preferentemente dentro del intervalo de 1 a

5.

De acuerdo con otra modalidad el compuesto tal como se proporcionó en la etapa b) se selecciona del grupo que consiste en compuestos de la fórmula **1a**):



(1a)

donde,

AO, p , t , x R^1 , R^2 , R^3 , R^4 y X son tal como se definen en la primera modalidad, preferentemente tal como se define en la modalidad previa.

De acuerdo con aun otra modalidad el compuesto de la fórmula (**1a**) se caracteriza de la siguiente forma:

R¹CO se selecciona del grupo que consiste en un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o no

saturado que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, preferentemente que tienen de 14 a 24 átomos de carbono y más preferentemente que tienen de 16 a 24 átomos de carbono;

R² representa un radical alquileo que tiene de 1 a 20 átomos de carbono, preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, más preferentemente de 2 a 6 átomos de carbono y con mayor preferencia de 4 átomos de carbono;

R³ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 12 a 24 átomos de carbono;

R⁴ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente un grupo alquilo que tiene de 1 o 2 átomos de carbono y más preferentemente es un grupo metilo;

AO es un grupo alquilenoxi, preferentemente un grupo etoxi;

X es un anión que deriva de un agente alquilante R⁴X; preferentemente cloruro o sulfato;

x es un número dentro del intervalo de 1 a 15, preferentemente dentro del intervalo de 2 a 10 y más preferentemente dentro del intervalo de 1 a 6;

p es un número dentro del intervalo de 1 a 15; y

t es 0 o 1, preferentemente 1.

De acuerdo con otra modalidad, el compuesto de la fórmula (1a) posee al menos una de las siguientes características:

R¹ deriva de un ácido graso que se selecciona del grupo que consiste en ácido 2-etilhexanoico, ácido n-octanoico, ácido n-decanoico, ácido n-dodecanoico, ácido n-tetradecanoico, ácido n-hexadecanoico, ácido palmitoleico, ácido n-octadecanoico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido eicosanoico, ácido docosanoico, ácido tetracosanoico, ácido graso de coco, ácido graso de semilla de colza, ácido graso de soja, ácido graso de sebo, ácido graso de aceite de palma, ácido graso de aceite de pino, ácido gadoleico, ácido erúico, formas hidrogenadas de estos ácidos y mezclas de estos, preferentemente ácido graso de sebo;

R² deriva de un ácido dicarboxílico, un cloruro de ácido dicarboxílico, un diéster de un ácido dicarboxílico, un anhídrido de un ácido dicarboxílico, preferentemente R² deriva de un compuesto que se selecciona del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido glutacónico, ácido adípico, ácido mucónico, ácido pimélico, ácido ftálico, ácido tereftálico, ácido tetrahydroftálico, ácido málico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido subérico, ácido mesacónico, ácido sebácico, ácido azelaico, ácido tartárico, ácido itacónico, ácido glutínico, ácido citracónico, ácido brasílico, ácidododecanedioico, ácido traumático, ácido tápsico, los cloruros de ácidos correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídridos de estos compuestos y mezclas de estos, más preferentemente R² deriva de un compuesto que se selecciona del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido

pimélico, ácido ftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido málico, ácido tartárico, los cloruros de ácidos correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídridos de estos compuestos y mezclas de estos, y con mayor preferencia ácido adípico;

5 R^3 , deriva de una amina grasa que se selecciona del grupo que consiste en 2-etilhexilamina, 2-propilheptilamina, n-octilamina, n-decilamina, n-dodecilamina, (alquil)-amina de coco, amina (de aceite de palma), n-tetradecilamina, n-hexadecilamina, n-octadecilamina, oleilamina, (alquil)-amina de sebo, (alquil)-amina de sebo hidrogenado, (alquil)-amina de semilla de colza, (alquil)-amina de soja, amina de erucilo, N-(n-decil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(n-dodecil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de coco)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de semilla de colza)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de soja)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo hidrogenado)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(erucil)-N-metil-trimetileno-diamina, isotridecilo xipropilamina y mezclas de estos, preferentemente (coco alquil)-amina o (alquilo de sebo)-amina;

15 R^4 deriva de un agente alquilante que se selecciona del grupo que consiste en sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, carbonato de dimetilo, cloruro de bencilo, bromuro de metilo, cloruro de metilo, yoduro de metilo, preferentemente sulfato de dimetilo o cloruro de metilo y mezclas de estos.

De acuerdo con otra modalidad, el agente recolector de la etapa b) consiste en uno o más compuestos de la fórmula (1) y/o (1a).

20

De acuerdo con otra modalidad, la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) tiene un pH de 7 a 10, preferentemente de 7.5 a 9.5 y más preferentemente de 8.5 a 9.0.

25 De acuerdo con otra modalidad, el agente recolector se agrega en la etapa c) en una cantidad de 1 a 5 000 ppm basándose en el peso seco total del material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a), preferentemente en una cantidad de 20 a 2 000 ppm, más preferentemente en una cantidad de 30 a 1 000 ppm, y con mayor preferencia en una cantidad de 50 a 800 ppm basándose en el peso seco total de dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a).

30

De acuerdo con otra modalidad, la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) tiene un contenido de sólidos de entre 5 y 80 % en peso basándose en el peso total de los sólidos en la suspensión, preferentemente de entre 10 y 70 % en peso, más preferentemente de entre 20 y 60 % en peso y con mayor preferencia entre 25 y 55 % en peso basándose en el peso total de los sólidos en la suspensión.

35

De acuerdo con otra modalidad, uno o más aditivos se agregan a la suspensión acuosa antes de, durante o luego de la etapa c), donde los aditivos se seleccionan del grupo que comprende agentes que ajustan el pH, solventes, depresores, polielectrolitos, espumantes y agentes recolectores diferentes de los agentes recolectores de acuerdo con la fórmula (1) y/o (1a).

De acuerdo con otra modalidad la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) es molida durante y/o luego de la etapa c),

De acuerdo con otra modalidad, el gas en la etapa d) es aire.

De acuerdo con otra modalidad, la suspensión en la etapa d) tiene una temperatura de entre 5 y 40°C, preferentemente entre 10 y 40°C, más preferentemente entre 10 y 30°C y con mayor preferencia entre 15 y 25°C.

De acuerdo con otra modalidad, la fase que porta pigmentos blancos obtenida de la etapa e) se dispersa y/o muele antes y/o después de la etapa e) y preferentemente se dispersa y/o muele en la presencia de al menos un agente de dispersión y/o al menos un agente de ayuda de molido.

De acuerdo con otra modalidad, el producto que contiene pigmentos blancos comprende al menos 95 % en peso de pigmento blanco, basándose en el peso seco, preferentemente de al menos 98 % en peso, más preferentemente de al menos 99 % en peso y con mayor preferencia de al menos 99.9 % en peso basándose en el peso seco.

Un "pigmento" en el significado de la presente invención es un material colorante sólido que tiene una composición química definida y una estructura cristalina característica. Los pigmentos pueden ser pigmentos inorgánicos. Los pigmentos pueden ser pigmentos sintéticos o naturales. Además, los pigmentos son insolubles en agua y, por lo tanto, tienen como resultado una suspensión cuando entran en contacto con agua.

Un "pigmento blanco" en el significado de la presente invención es un pigmento que tiene una apariencia blanca cuando es iluminado por la luz del día.

Un "pigmento mineral blanco" en el significado de la presente invención es un pigmento blanco inorgánico que se puede obtener naturalmente y específicamente incluye carbonato de calcio natural o carbonato de calcio molido (en particular caliza, tiza, mármol, calcita), material de mineral

que comprende carbonato de calcio (puede ser con un contenido mínimo de 70 % en peso de CaCO_3 , basándose en el peso del mineral), dolomita, barita, óxido de aluminio, dióxido de titanio y mezclas de lo anterior.

5 Un "carbonato de metal alcalinotérreo" en el significado de la presente invención es un carbonato que comprende al menos un catión de metal alcalinotérreo. Los metales alcalinotérreos de acuerdo con la presente invención son berilio Be^{2+} , magnesio Mg^{2+} , calcio Ca^{2+} , estrontio Sr^{2+} , bario Ba^{2+} y radio Ra^{2+} .

10 "Carbonato de calcio" en el significado de la presente invención incluye carbonato de calcio natural y puede ser un carbonato de calcio molido (GCC).

"Carbonato de calcio natural" en el significado de la presente invención es un carbonato de calcio (calcita) obtenido de fuentes naturales, tales como mármol, caliza o tiza.

15 "Carbonato de calcio molido" (GCC) en el significado de la presente invención es un carbonato de calcio natural que es procesado a través de un tratamiento húmedo y/o seco tal como molido, tamizado y/o fraccionado, por ejemplo por un ciclón o clasificador.

20 Las "impurezas" en el significado de la presente invención son sustancias que difieren de la composición química del pigmento blanco deseado.

Un "agente recolector" en el significado de la presente invención es un compuesto químico que es absorbido por las partículas previstas ya sea mediante quimisorción o mediante fisisorción. El agente recolector vuelve la superficie de las impurezas más hidrofóbica.

25 Un "gas" en el significado de la presente invención es una muestra de materia que se ajusta a la forma de un recipiente en el que se mantiene y adquiere una densidad uniforme dentro del recipiente, incluso en la presencia de gravedad y sin importar la cantidad de sustancia en el recipiente. Si no está confinado a un recipiente, la materia gaseosa, también conocida como vapor, se dispersará en el espacio. El término gas también se utiliza con referencia al estado, o condición de la materia que tiene esta propiedad. Un gas está compuesto de moléculas que se encuentran en movimiento aleatorio constante. De acuerdo con la presente invención, el compuesto tiene que estar en un estado gaseoso a temperatura ambiente ($20 \pm 2^\circ\text{C}$) y a presión atmosférica estándar (101 325 Pa o 1.01325 bar).

35

Una "suspensión" o "lechada" en el significado de la presente invención comprende sólidos no disueltos en un medio acuoso, y opcionalmente aditivos adicionales, y usualmente contiene grandes cantidades de sólidos y, por lo tanto, es más viscosa y puede tener mayor densidad que el medio acuoso que soporta la suspensión.

5

El "tamaño de la partícula" de pigmento blanco fino (es decir, un $d_{50} < 5 \mu\text{m}$) e impurezas que contienen material en la presente se describe mediante su distribución de tamaños de partículas d_x . Allí, el valor d_x representa el diámetro con respecto al cual x % en peso de las partículas tiene diámetros inferiores a d_x . Esto significa que, por ejemplo, el valor d_{20} es el tamaño de partícula en el cual 20 % en peso de todas las partículas son más pequeñas que ese tamaño de la partícula. Por lo tanto, el valor d_{50} es el tamaño de partícula mediano en peso, es decir, el 50 % en peso de todos los granos son más grandes y el 50 % en peso restante son más pequeños que este tamaño de partícula. A efectos de la presente invención, el tamaño de partícula del pigmento blanco fino (es decir, un $d_{50} < 5 \mu\text{m}$) y las impurezas que contienen material se especifica como tamaño de partícula mediana en peso d_{50} a menos que se indique lo contrario. El valor d_{98} es el tamaño de partícula en el cual 98 % en peso de todas las partículas son más pequeñas que ese tamaño de la partícula. Los tamaños de partículas finas (es decir, un $d_{50} < 5 \mu\text{m}$) se determinaron al utilizar un instrumento Sedigraph™ 5100 o 5120 de Micromeritics Instrument Corporation. El método y el instrumento son conocidos para los expertos en la técnica y se utilizan comúnmente para determinar el tamaño de partícula de rellenos y pigmentos. Las mediciones se llevaron a cabo en una solución acuosa de 0.1 % en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras se dispersaron mediante el uso de un agitador de alta velocidad y se sonicaron.

El "tamaño de la partícula" de un material que contiene impurezas y pigmentos blancos grueso (es decir, un d_{50} superior a $5 \mu\text{m}$) en la presente se describe mediante su distribución de tamaños de partículas d_x . Allí, el valor d_x representa el diámetro con respecto al cual x % en peso de las partículas tiene diámetros inferiores a d_x . Esto significa que, por ejemplo, el valor d_{20} es el tamaño de partícula en el cual 20 % en peso de todas las partículas son más pequeñas que ese tamaño de la partícula. Por lo tanto, el valor d_{50} es el tamaño de partícula mediano en peso, es decir, el 50 % en peso de todos los granos son más grandes y el 50 % en peso restante son más pequeños que este tamaño de partícula. A efectos de la presente invención, el tamaño de partícula del material que contiene impurezas y pigmentos blancos grueso (es decir, un $d_{50} > 5 \mu\text{m}$) se especifica como tamaño de partícula mediana en peso d_{50} a menos que se indique lo contrario. El valor d_{98} es el tamaño de partícula en el cual 98 % en peso de todas las partículas son más pequeñas que ese tamaño de la partícula. Se determinaron los tamaños de partículas gruesas (es decir, un $d_{50} > 5$

µm) al utilizar un sistema de difracción láser Malvern Mastersizer 2000 de la compañía Malvern, GB. Los datos en bruto obtenidos por las mediciones se analizan mediante el uso de la teoría de Mie, con un RI definido (índice de refracción de partícula) de 1.57 y un iRI (índice de absorción) de 0.005 y Malvern Application Software 5.60. La medición se realizó con una dispersión acuosa.

- 5 Para este fin, las muestras se dispersan utilizando un agitador de velocidad elevada. La distribución de tamaño de partícula determinado por el peso puede corresponder al tamaño de partícula determinado por el volumen si la densidad de todas las partículas es igual.

- 10 Un "área de superficie específica (SSA)" de un producto de carbonato de calcio en el significado de la presente invención se define como el área de superficie de sólidos de una muestra de volumen seco, que representa toda la distribución de partículas presentes, dividida por la masa de la muestra de volumen. Tal como se usa en la presente, el área de superficie específica se mide mediante adsorción con el uso del isoterma BET (ISO 9277:2010) y se especifica en m²/g.

- 15 Un "proceso de flotación convencional" o un "proceso de flotación directo" en el significado de la presente invención es un proceso de flotación en el que los pigmentos blancos deseables flotan directamente y son recolectados de la espuma producida dejando atrás una suspensión que contiene las impurezas.

- 20 Un "proceso de flotación inverso" o un "proceso de flotación indirecto" en el significado de la presente invención es un proceso de flotación en el que las impurezas flotan directamente y son recolectados de la espuma producida dejando atrás una suspensión que contiene los pigmentos blancos deseados.

- 25 El proceso inventivo para elaborar productos que contienen pigmentos blancos implica la provisión de al menos un "material que contiene impurezas y pigmentos blancos" y al menos un agente recolector inventivo. Dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos y dicho agente recolector se mezclan en un entorno acuoso para formar una suspensión acuosa. Luego o durante el mezclado, un gas pasa a través de la suspensión acuosa obtenida y el producto que contiene pigmentos blancos se recupera al quitar la fase que porta el pigmento blanco de la suspensión acuosa obtenida luego de pasar el gas a través de la suspensión.
- 30

- A continuación, detalles y modalidades preferidas del proceso para elaborar productos que contienen pigmentos blancos se establecerán en mayor detalle. Se debe entender que estas modalidades o detalles aplican también para el producto que contiene pigmentos blancos
- 35

obtenidos por el proceso inventivo y para el uso inventivo de la fase que porta pigmentos blancos también obtenida por el proceso inventivo.

5 El material que contiene impurezas y pigmentos blancos

La etapa a) del proceso de la invención se refiere a la provisión de al menos un mineral que comprende impurezas y pigmentos blancos.

Un pigmento blanco en el significado de la presente invención es un pigmento que tiene una
10 apariencia blanca cuando se ve en la luz del día. La naturaleza blanca de los pigmentos blancos se basa predominantemente en la absorción de luz relativamente baja en combinación con una dispersión de la luz no selectiva de la luz visual en la interfaz pigmento-aire. Los pigmentos blancos de acuerdo con la presente invención son pigmentos blancos inorgánicos que se pueden obtener natural y sintéticamente y específicamente incluyen carbonato de calcio natural o
15 carbonato de calcio molido (en particular caliza, tiza, mármol, calcita), material de mineral que comprende carbonato de calcio (puede ser con un contenido mínimo de 50 % en peso de CaCO_3 , basándose en el peso del mineral), dolomita, barita, óxido de aluminio, dióxido de titanio y mezclas de lo anterior.

20 Los pigmentos blancos pueden ser pigmentos minerales blancos. Los pigmentos minerales blancos en el significado de la presente invención son pigmentos blancos inorgánicos que se pueden obtener naturalmente. Además de los antemencionados carbonato de calcio natural o carbonato de calcio molido (en particular caliza, tiza, mármol, calcita), el material de mineral que comprende carbonato de calcio (puede ser con un contenido mínimo de 50 % en peso de CaCO_3 ,
25 basándose en el peso del mineral), dolomita, barita, y mezclas de lo anterior, los pigmentos minerales blancos incluyen minerales que contienen óxido de aluminio Al_2O_3 , por ejemplo $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ que tiene una estructura cúbica y $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ que tiene una estructura romboedra (trigonal). De manera adicional, los minerales que contienen óxido de aluminio pueden comprender otros elementos tales como por ejemplo sodio en $\text{Na}_2\text{O}\cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$, comúnmente conocido como diaoyudaoita. Otros pigmentos minerales blancos inventivos son minerales que contienen dióxido
30 de titanio TiO_2 , por ejemplo, rutilo, anastasa o brookita. Pigmentos de minerales blancos adicionales son minerales de óxido blancos tales como sulfato de bario (BaSO_4), óxido de cinc (ZnO), dióxido de circonio (ZrO_2), o dióxido de estaño (SnO_2), o minerales de sulfato blanco y minerales de sulfuro blanco tales como sulfuro de cinc (ZnS) o carbonato de plomo (PbCO_3).

Preferentemente, el pigmento mineral blanco es un carbonato de metal alcalinotérreo.

Los carbonatos de metal alcalinotérreo en el significado de la presente invención son carbonatos que comprenden al menos un catión de metal alcalinotérreo. Los metales alcalinotérreos de acuerdo con la presente invención son berilio Be^{2+} , magnesio Mg^{2+} , calcio Ca^{2+} , estrontio Sr^{2+} , bario Ba^{2+} y radio Ra^{2+} y, preferentemente, magnesio y calcio. Los carbonatos de metales alcalinotérreos en el significado de la presente invención son, por ejemplo, carbonato de berilio, carbonato de magnesio, carbonato de calcio, carbonato de estroncio, carbonato de bario o carbonato de radio.

De acuerdo con una modalidad de la presente invención, el carbonato de metal alcalinotérreo consiste en solo un metal alcalinotérreo, por ejemplo, calcio. El carbonato de metal alcalinotérreo puede alternativamente consistir en una mezcla de dos metales alcalinotérreos como por ejemplo calcio y magnesio y, por lo tanto, el carbonato de metal alcalinotérreo puede ser un carbonato de magnesio de calcio, por ejemplo, dolomita. El carbonato de metal alcalinotérreo puede comprender una mezcla de dos o más metales alcalinotérreos. De manera adicional, el carbonato de metal alcalinotérreo puede comprender cationes adicionales como por ejemplo sodio en gaylussita (carbonato de calcio y sodio).

El pigmento blanco puede comprender más de un carbonato de metal alcalinotérreo. Por ejemplo, el pigmento blanco puede comprender un carbonato de magnesio y un carbonato de calcio. De manera alternativa, el pigmento blanco puede consistir de solo un carbonato de metal alcalinotérreo.

El pigmento blanco puede comprender una mezcla de dos o más pigmentos de minerales blancos. Por ejemplo, el pigmento blanco puede comprender un carbonato de metal alcalinotérreo y un pigmento blanco inorgánico que se selecciona del grupo que consiste en dióxido de aluminio, dióxido de titanio, sulfato de bario, óxido de cinc, dióxido de circonio, o dióxido de estaño, sulfato blanco o minerales de sulfuro.

Preferentemente, el carbonato de metal alcalinotérreo puede ser un carbonato de calcio.

Se cree que el carbonato de calcio o el carbonato de calcio natural es una forma de origen natural de carbonato de calcio, extraído de minas de rocas sedimentarias tales como caliza o tiza, o de rocas de mármol metamórficas. Se sabe que el carbonato de calcio existe como tres tipos de

polimorfos de cristal: calcita, aragonita y vaterita. La calcita, el polimorfo de cristal más común, es considerada la forma de cristal más estable de carbonato de calcio. Menos común es la aragonita, que tiene una estructura de cristal ortorrómbica de aguja agrupada o separada. La vaterita es el polimorfo de carbonato de calcio más raro y generalmente es inestable. El carbonato de calcio es casi exclusivamente del polimorfo calcítico, que se dice que es trigonal-romboedro y representa el más estable de los polimorfos de carbonato de calcio. El término "fuente" del carbonato de calcio en el significado de la presente solicitud se refiere al material de mineral de origen natural del cual se obtiene el carbonato de calcio. La fuente del carbonato de calcio puede comprender componentes de origen natural adicionales tales como carbonato de magnesio, óxido de aluminio, etc.

La fuente de carbonato de calcio se puede seleccionar del mármol, tiza, calcita, dolomita, caliza o mezclas de estas. Preferentemente, la fuente de carbonato de calcio se puede seleccionar del mármol.

Preferentemente, el carbonato de metal alcalinotérreo puede ser un carbonato de calcio molido (GCC). Se entiende que el carbonato de calcio molido (GCC) se obtiene al moler el carbonato de calcio ya sea seco o de manera alternativa húmedo seguido por una etapa de secado posterior.

En general, la etapa de molienda se puede realizar con cualquier dispositivo de molienda convencional, por ejemplo, en condiciones tales que el refinamiento sea mayormente el resultado de impactos con un cuerpo secundario, es decir, en uno o más de: un molino de bolas, un molino de barras, un molino vibratorio, un triturador de rodillos, un molino de impacto centrífugo, un molino de esferas vertical, un molino de desgaste por fricción, un molino de espigas, un molino de martillo, u otro equipo similar conocido por los expertos. En el caso de que el carbonato de calcio que contiene polvo de mineral comprenda un carbonato de calcio molido húmedo que contiene material mineral, la etapa de molienda puede llevarse a cabo en condiciones tales que se lleva a cabo una trituración autógena y/o mediante molienda de bolas horizontal y/u otros procesos del tipo conocidos para los expertos en la técnica. El carbonato de calcio subterráneo procesado en húmedo que contiene material mineral obtenido de ese modo puede deshidratarse mediante procesos conocidos, por ejemplo, mediante filtración, centrifugación o evaporación forzada antes de la deshidratación. Una etapa adicional de secado puede realizarse en una única etapa, como secado por aspersión, o en al menos dos etapas.

Preferentemente, el pigmento blanco puede consistir de solo un carbonato de calcio molido. De

manera alternativa, el pigmento blanco puede consistir en una mezcla de dos carbonatos de calcio molidos que se seleccionan de diferentes fuentes de carbonato de calcio molido. El pigmento blanco puede también comprender una mezcla de dos o más carbonatos de calcio molidos que se seleccionan de diferentes fuentes de carbonato de calcio molido. Por ejemplo, el pigmento blanco puede comprender un GCC que se selecciona de la dolomita y un GCC que se selecciona de mármol de calcita. De manera adicional al GCC, el pigmento blanco puede comprender pigmentos minerales blancos adicionales.

El material que contiene impurezas y pigmentos blancos contendrá pigmentos blancos tal como se define anteriormente e impurezas. Las impurezas en el significado de la presente invención son sustancias que difieren de la composición química del pigmento blanco y, por lo tanto, no hay pigmentos blancos.

Las impurezas que se van a quitar o reducir mediante el proceso de acuerdo con la presente invención son compuestos que tienen, por ejemplo, un color gris, negro, marrón, rojo o amarillo o cualquier otro color que afecta la apariencia blanca del material de pigmento blanco. De manera alternativa, las impurezas que se van a quitar o reducir tienen un color blanco pero tienen propiedades físicas diferentes que los pigmentos blancos y, por lo tanto, afectan de forma adversa los pigmentos blancos.

De acuerdo con una modalidad preferida, el material de partida, por ejemplo, el material que contiene impurezas y pigmentos blancos puede comprender impurezas seleccionadas de sulfuros de hierro.

Se entiende que los sulfuros de hierro o sulfatos de hierro en el significado de la presente invención son compuestos químicos de hierro y azufre que comprenden un amplio intervalo de fórmulas estequiométricas y diferentes estructuras cristalinas. Por ejemplo, el sulfuro de hierro puede ser sulfuro de hierro(II) FeS (magnetopirita) o pirrotita Fe_{1-x}S donde x es de 0 a 0.2. El sulfuro de hierro también puede ser disulfuro de hierro (II) FeS_2 (pirita o marcasita). Los sulfuros de hierro pueden también contener otros elementos diferentes de hierro y azufre como por ejemplo níquel en forma de mackinawita $(\text{Fe}, \text{Ni})_{1+x}\text{S}$ donde x es de 0 a 0.1.

Las impurezas en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos también pueden ser óxidos de hierro.

Se entiende que los óxidos de hierro en el significado de la presente invención son compuestos químicos compuestos de hierro y óxido. El óxido de hierro comprende, por ejemplo óxido de hierro (II) FeO , también conocido como wüstita, óxidos de hierro (I,III) Fe_3O_4 , también conocidos como magnetita y óxido de hierro (III) Fe_2O_3 . Los óxidos de hierro incluyen también hidróxidos de hierro y oxihidróxidos de hierro que contienen debajo de los elementos hierro y oxígeno, el elemento adicional hidrógeno. El hidróxido de hierro comprende, por ejemplo hidróxido de hierro (II) $\text{Fe}(\text{OH})_2$ e hidróxido de hierro(III) $\text{Fe}(\text{OH})_3$, también conocido como bernalita. El oxihidróxido de hierro comprende, por ejemplo, $\alpha\text{-FeOOH}$ también conocido como goethita que forma cristales con forma de agujas prismáticas, $\gamma\text{-FeOOH}$ también conocido como lepidocrocita que forma estructuras de cristal ortorrómbicas, $\delta\text{-FeOOH}$ también conocidas como feroxihita que se cristaliza en el sistema hexagonal y ferrihidrita $\text{FeOOH}\cdot 0.4\text{H}_2\text{O}$. Los óxidos de hierro también pueden contener elementos adicionales como, por ejemplo, azufre en $\text{Fe}_8\text{O}_8(\text{OH})_6(\text{SO}_4)\cdot n\text{H}_2\text{O}$ también conocido como schwertmannita o cloruro en $\text{FeO}(\text{OH},\text{Cl})$.

El material que contiene impurezas y pigmentos blancos puede comprender impurezas que se seleccionan del grafito.

El grafito en el significado de la presente invención se entiende que es un alótropo de carbono. Existen tres tipos principales de grafito natural: grafito en copos cristalinos, grafito amorfo y grafito aglomerado. El grafito en copos cristalinos (o grafito en copos) ocurre como partículas aisladas, planas, de tipo placa con bordes hexagonales si no están rotos y, cuando están rotos, los bordes pueden ser irregulares o angulares. El grafito amorfo ocurre como partículas finas y es el resultado de metamorfismo térmico de carbono, la última etapa de carbonificación y es a veces llamado meta-antracita. El grafito de copos muy finos es a veces llamado amorfo en el comercio. El grafito aglomerado (también llamado grafito de veta) ocurre en fracturas o venas de fisura y aparece como intercrecimiento de laminados masivos de agregados cristalinos fibrosos o aciculares.

De manera alternativa, las impurezas en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos pueden ser silicatos. Los silicatos pueden ser colorantes o abrasivos.

Los silicatos o minerales de silicato en el significado de la presente invención se entiende que son compuestos que comprenden silicio y oxígeno. De manera adicional, los silicatos pueden comprender iones adicionales tales como por ejemplo iones de aluminio, iones de magnesio, iones de hierro o iones de calcio. Los silicatos y minerales de silicatos se pueden seleccionar de neosilicatos, sorosilicatos, ciclosilicatos, inosilicatos, filosilicatos y tectosilicatos y silicatos amorfos.

- Los neosilicatos son minerales de silicatos en los que los tetraedros SiO_4 están aislados y tienen iones metálicos de vecinos. Los neosilicatos comúnmente conocidos son circonia, willemita, olivino, mullita, forsterita, aluminosilicatos o fayalita. Los sorosilicatos son minerales de silicato que tienen grupos tetraedros dobles aislados con una relación de silicio respecto a oxígeno de 2:7. Los sorosilicatos comúnmente conocidos son ilavita, gehlenita, epidote o cornerupina. Los ciclosilicatos son silicatos de anillo que contienen anillos de tetraedros de SiO_4 unidos donde la relación de silicio respecto a oxígeno es 1:3. Los ciclosilicatos comúnmente conocidos son bentonita, berilo o turmalina. Los inosilicatos o silicatos de cadena son minerales de silicato que tienen cadenas de entrelazado de tetraedros de silicato con ya sea SiO_3 en una relación de 1:3 para cadenas simples o Si_4O_{11} en una relación 4:11 para cadenas dobles. Los inosilicatos comúnmente conocidos son enstatita, wollastonita, rodonita, diópsido o anfibolita como por ejemplo grunerita, cummingtonita, actinolito u hornblenda. Los filosilicatos son silicatos en láminas que forman láminas paralelas de tetraedros de silicatos con Si_2O_5 o una relación de silicio respecto a oxígeno de 2:5. Los filosilicatos comúnmente conocidos son minerales de arcilla, por ejemplo, talco, caolina, arcilla caolinítica, arcilla caolinítica calcinada, haloisita, diquita, vermiculita, nontronita, sepiolita o montmorillonita, minerales de mica, por ejemplo, biotita, muscovita, flogopita, lepidolita o glauconita o un mineral de clorito, por ejemplo clinocloro. Los tectosilicatos o silicatos de marco tienen un marco tridimensional de tetraedros de silicato con tetraedros de SiO_2 o una relación de silicio respecto a oxígeno de 1:2. Los tectosilicatos comúnmente conocidos son minerales cuarzo como por ejemplo minerales cuarzo, tridimita y cristobalita, feldespato como por ejemplo feldespatos de potasio que comprenden ortoclasa y microlina, feldespato de sodio o calcio que comprenden plagioclasa, albita y andesina o escapolita y zeolita. Los silicatos amorfos son por ejemplo tierra de diatomeas u opalescentes.
- El silicato se puede seleccionar del grupo que consiste en cuarzo, una mica, una anfibolita, un feldespato, un mineral de arcilla y mezclas de estos, y, preferentemente, puede ser cuarzo.

El proceso inventivo se contempla específicamente para separar los pigmentos blancos de las impurezas que consisten en cuarzo y/o silicatos adicionales.

Preferentemente, la impureza en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos consiste solo en cuarzo.

De manera alternativa, la impureza o impurezas en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos puede comprender silicatos que tienen un color blanco. Por ejemplo, las

impurezas pueden comprender silicatos tales como wollastonita, caolina, arcilla caolinítica, arcilla caolinítica calcinada, montmorillonita, talco, tierra de diatomeas o sepiolita. En una modalidad preferida de la invención, la impureza consiste en silicatos que tienen un color blanco y más preferentemente la impureza consiste en solo un silicato de color blanco. Por ejemplo, la impureza
5 puede consistir solo en wollastonita, caolina, arcilla caolinítica, arcilla caolinítica calcinada, montmorillonita, talco, tierra de diatomeas o sepiolita. Estas impurezas obtenidas y separadas de acuerdo con el método de flotación inventivo pueden ser procesadas adicionalmente y utilizadas en aplicaciones adecuadas. Las impurezas que contienen solo silicatos de color blanco y, preferentemente que contienen solo un silicato de color blanco obtenido mediante el proceso
10 inventivo se puede utilizar de la misma manera que el producto que contiene pigmentos blancos.

En una modalidad preferida, la cantidad de pigmento blanco en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) puede ser de 0.1 a 99.9 % en peso, basándose en el peso seco, preferentemente de 30 a 99.7 % en peso, más preferentemente de 60 a 99.3 % en peso y
15 con mayor preferencia de 80 a 99 % en peso, basándose en el peso seco.

En otra modalidad preferida, la relación de peso del pigmento blanco: impurezas en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) puede ser de 0.1:99.9 a 99.9:0.1, basándose en el peso seco, preferentemente de 30:70 a 99.7: 0.3, más preferentemente de 60:40
20 a 99.3:0.7, y con mayor preferencia de 80:20 a 99:1, basándose en el peso seco.

La cantidad total de pigmento blanco y las impurezas en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) puede representar al menos 90 % en peso respecto al peso total del pigmento blanco y el material que contiene impurezas y pigmentos blancos, preferentemente al
25 menos 95 % en peso, más preferentemente al menos 98 % en peso y más preferentemente al menos 99 % en peso respecto al peso total del material que contiene impurezas y pigmentos blancos.

Como se establece antes, en una modalidad preferida la impureza en el material que contiene
30 impurezas y pigmentos blancos puede consistir en un silicato. En este caso, la cantidad total de pigmento blanco y el silicato en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) representa al menos 90 % en peso respecto al peso total del pigmento blanco y el material que contiene impurezas y pigmentos blancos, preferentemente al menos 95 % en peso, más preferentemente al menos 98 % en peso y más preferentemente para al menos 99 % en
35 peso.

De manera alternativa, el material que contiene impurezas y pigmentos blancos puede consistir en pigmentos blancos y silicatos. Preferentemente, el material que contiene impurezas y pigmentos blancos puede consistir en pigmentos blancos y cuarzo. De manera alternativa, el material que
5 contiene impurezas y pigmentos blancos puede consistir en pigmento blanco y un silicato de color blanco que se selecciona del grupo que consiste en wollastonita, caolina, arcilla caolinítica, arcilla caolinítica calcinada, montmorillonita, talco, tierra de diatomeas o sepiolita.

El material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) puede tener un diámetro de
10 grano mediano en peso en el intervalo de 1 a 1 000 μm , preferentemente de 3 a 700 μm , más preferentemente de 5 a 500 μm y con mayor preferencia de 10 a 80 μm o de 100 a 400 μm .

En otra modalidad preferida, el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) puede tener un diámetro de grano mediano en peso en el intervalo de 1 a 1 000 μm ,
15 preferentemente de 3 a 500 μm , más preferentemente de 5 a 100 μm y con mayor preferencia de 10 a 80 μm si el proceso de flotación posterior es un proceso de flotación estándar. Un proceso de flotación estándar en el significado de la presente invención es un proceso de flotación que se realiza luego de moler y/o clasificar el material que contiene impurezas y pigmentos blancos.

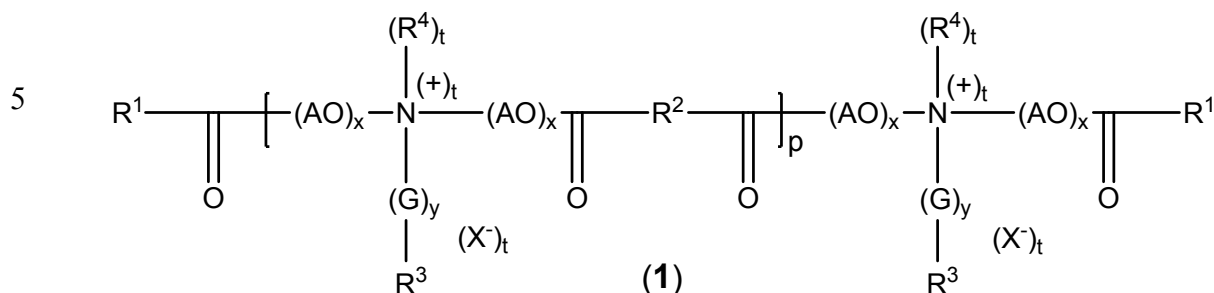
En otra modalidad preferida, el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) puede tener un diámetro de grano mediano en peso en el intervalo de 1 a 1 000 μm ,
20 preferentemente de 10 a 700 μm , más preferentemente de 50 a 500 μm y con mayor preferencia de 100 a 400 μm si el proceso de flotación posterior es un proceso de flotación ordinario. Un proceso de flotación ordinario en el significado de la presente invención es un proceso de flotación
25 que se realiza dentro del primer bucle de molido del material que contiene impurezas y pigmentos blancos.

El agente recolector

La etapa b) del proceso de la presente invención se refiere a la provisión de al menos un agente
30 recolector.

Un agente recolector en el significado de la presente invención es un compuesto químico que es
35 absorbido por las partículas previstas ya sea mediante quimisorción o mediante fisisorción.

Los agentes recolectores de acuerdo con la presente invención tienen la fórmula general (1),



10 donde;

R¹CO representa un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o insaturado que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

R² se selecciona del grupo que consiste en

i) enlace directo,

15 ii) una cadena de hidrocarburo saturado o insaturado, lineal o ramificado C₁-C₂₀, opcionalmente sustituido por uno o más grupos -OH, uno o más grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquenileno y/o un grupo arileno, preferentemente

A) un radical de alquileo que tiene de 1 a 20, más preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente un radical de alquileo sustituido, donde dicho radical de alquileo sustituido está sustituido por 1 o 2 grupos -OH, 1 o 2 grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquenileno y/o un grupo arileno o

20 B) un radical de alquenileno que tiene de 1 a 20, preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente un radical de alquenileno sustituido, donde dicho radical de alquenileno sustituido está sustituido por 1 o 2 grupos -OH, 1 o 2 grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquenileno y/o un grupo arileno;

R³ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula R⁵-O-(A'O)_w-T-, donde;

R⁵ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

w es un número dentro del intervalo de 0 a 20;

30 A'O es un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono; y

T representa un grupo alquileo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

R⁴ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo o un grupo bencilo;

AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono;

35 X representa un anión que deriva de un agente alquilante R⁴X, donde X representa halógeno, sulfato o carbonato;

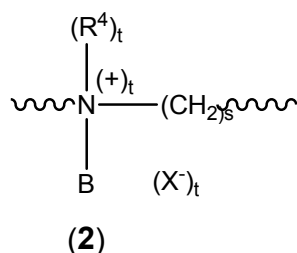
x es un número dentro del intervalo de 1 a 20;

p es un número dentro del intervalo de 1 a 15;

t es 0 o 1;

y es 0 o 1; y

5 G representa un grupo de la fórmula (2);



donde;

B representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o

representa un grupo bencilo;

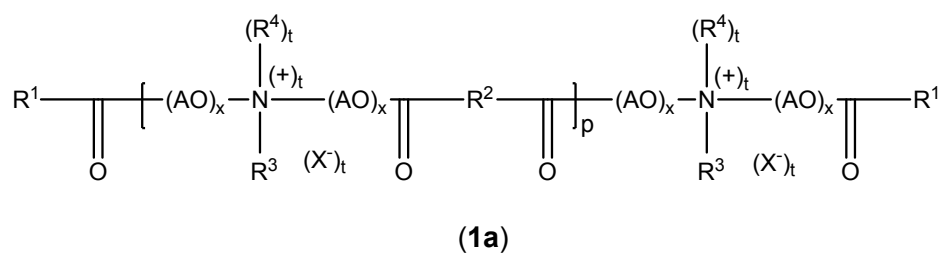
15 s es 1, 2 o 3;

R⁴, X y t son tal como se definen anteriormente;

N⁺ está conectado a R³ en la fórmula (1); y

(CH₂)_s está conectado al átomo de nitrógeno cuaternario en la fórmula (1);

20 En una modalidad preferida el compuesto de acuerdo con la fórmula general (1) es el compuesto de acuerdo con la fórmula (1a).

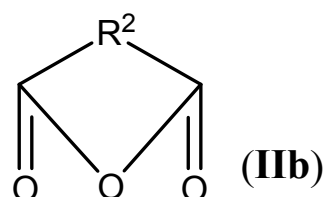
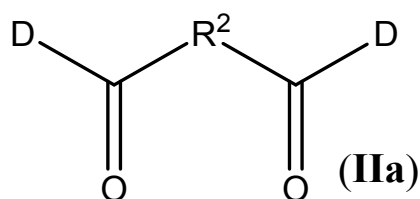


donde, AO, p, t, x, R¹, R², R³, R⁴ y X son tal como se definen anteriormente:

Se debe entender que el átomo de nitrógeno en la fórmula (1) y (1a) tiene una carga positiva cuando t = 1 pero es neutral cuando t = 0.

Los compuestos de la fórmula (1) y (1a) pueden prepararse de acuerdo con técnicas de preparación conocidas.

Por ejemplo, los compuestos de la fórmula (1) y (1a) pueden ser fácilmente obtenidos mediante condensación de un ácido graso, o mezcla de ácidos grasos, que tienen la fórmula R¹COOH (I), donde R¹CO es un grupo acilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente de 12 a 24 átomos de carbono, más preferentemente de 14 a 24 átomos de carbono, y con mayor preferencia de 16 a 24 átomos de carbono, que pueden ser saturados o insaturados, lineales o ramificados, y un ácido dicarboxílico o un derivado de este que tiene la fórmula (IIa) o (IIb),



donde D- es -OH, -Cl o -OR', donde R' es un grupo alquilo C₁-C₄; R² se selecciona del grupo que consiste en

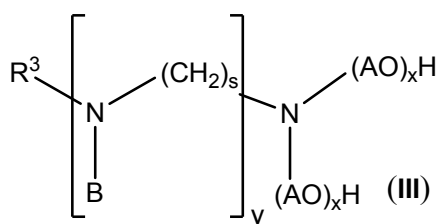
- i) enlace directo,

ii) una cadena de hidrocarburo saturado o insaturado, lineal o ramificado C₁-C₂₀, opcionalmente sustituido por uno o más grupos –OH, uno o más grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquilenilo y/o un grupo arileno, preferentemente

A) un radical de alquileo de la fórmula $-(CH_2)_z-$, en el que z es un número entero de 1 a 20, más preferentemente de 1 a 10, incluso más preferentemente de 2 a 6, incluso más preferentemente 4, más preferiblemente un radical de alquileo sustituido, donde dicho radical de alquileo sustituido está sustituido por 1 o 2 grupos $-OH$, 1 o 2 grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquilenilo y/o un grupo arileno o

B) un radical de alquenileno que tiene de 1 a 20, preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente un radical de alquenileno sustituido, donde dicho radical de alquenileno sustituido está sustituido por 1 o 2 grupos -OH, 1 o 2 grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileno, un grupo cicloalquenileno y/o un grupo arileno;

con una amina grasa alcoxilada que tiene la fórmula (III),



donde R³ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente 12 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula

R⁵-O-(A'O)_w-T-, donde;

- 5 R⁵ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente de 12 a 24 átomos de carbono;

w es un número dentro del intervalo de 0 a 20, preferentemente de 0 a 10 y más preferentemente de 0 a 3;

A'O es un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono;

- 10 T representa un grupo alquileo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono; preferentemente de 1 a 4 átomos de carbono y más preferentemente de 2 a 3 átomos de carbono;

AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono, preferentemente 2 átomos de carbono;

B representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o representa un grupo bencilo;

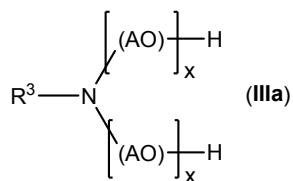
- 15 x representa un número dentro del intervalo de 1 a 20, preferentemente dentro del intervalo de 1 a 10, más preferentemente entre del intervalo de 1 a 6;

s es 1, 2 o 3, preferentemente 2 o 3;

y es 0 o 1;

para la preparación del compuesto (**1a**) la amina grasa alcoxilada preferida tiene la fórmula (**IIIa**),

20



- 25 donde AO, x y R³ son como se definen anteriormente;

o de un producto que se obtiene mediante cuaternización parcial o total de la amina grasa alcoxilada de la fórmula (**III**) o (**IIIa**); opcionalmente dicha reacción entre el ácido graso de acuerdo con la fórmula (**I**), el ácido dicarboxílico de acuerdo con la fórmula (**II**) y la amina grasa alcoxilada de acuerdo con la fórmula (**III**) o (**IIIa**) es seguida por una etapa de reacción adicional donde parte o

30 todos los átomos de nitrógeno son cuaternizados mediante reacción con un agente alquilante R⁴X, donde R⁴ es un grupo hidrocarbilo, preferentemente un grupo alquilo C₁-C₄ o el grupo bencilo, y X es un anión derivado del agente alquilante R⁴X, donde X representa halógeno, sulfato o carbonato.

Se debe entender que cuando el compuesto de la fórmula (**III**) o (**IIIa**) contiene más de un grupo

- 35 (AO)_x, el valor de los número enteros x puede ser el mismo o diferente, independientemente entre

sí. De manera similar, cuando más de una y está presente, todas las "y" son, independientemente entre sí, idénticas o diferentes.

Las reacciones de condensación de esterificación que tienen lugar entre los compuestos de la fórmula (I), la fórmula (IIa), la fórmula (IIb) y la fórmula (III) o la fórmula (IIIa) son conocidas en la técnica. Las reacciones preferentemente son realizadas en la presencia de un catalizador de esterificación, tal como un ácido de Brönstedt o de Lewis, por ejemplo ácido metanosulfónico, ácido p-toluenosulfónico, ácido hipofosfórico, ácido cítrico o trifluoruro de boro (BF₃).

- 10 Cuando se utiliza un derivado de ácido dicarboxílico de la fórmula (IIa), donde D es O-R', la reacción es una transesterificación, que de manera alternativa podría ser realizada en presencia de un catalizador alcalino. Además el ácido carboxílico de acuerdo con la fórmula (I) se puede agregar como por ejemplo su éster de metilo. De manera alternativa, otras técnicas convencionales conocidas por el experto en la técnica se podrían utilizar comenzando a partir de otros derivados de los ácidos dicarboxílicos, tales como a partir de anhídridos o sus cloruros de ácido.

- 20 Las diferentes reacciones de esterificación también se pueden realizar en más de una etapa, por ejemplo, al condensar primero el derivado de ácido dicarboxílico (IIa) o (IIb) con la amina grasa alcoxilada (III) o (IIIa), y luego agregar el ácido carboxílico (I) en una siguiente etapa. Las reacciones podían tener lugar con o sin solventes agregados. Si los solventes están presentes durante la reacción, los solventes deberían ser inertes a la esterificación, por ejemplo, tolueno o xileno.

- 25 La reacción de condensación de esterificación entre los compuestos (I), (IIa) o (IIb) y (III) o (IIIa) es efectuada de forma eficiente al calentar la mezcla a una temperatura entre 120 y 280°C durante un período de 2 a 20 horas, opcionalmente a presión reducida de 5 a 200 mbar.

- 30 Cuando t en la fórmula (1) es 0, el producto es un compuesto de poliesteramina terciario, y cuando t es 1, el producto es un compuesto de amonio policuaternario de poliéster. La cuaternización es un tipo de reacción que es conocida en la técnica. Para la etapa de cuaternización, el agente alquilante R⁴X se selecciona adecuadamente del grupo que consiste en sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, carbonato de dimetilo, cloruro de bencilo, bromuro de metilo, cloruro de metilo, yoduro de metilo, preferentemente sulfato de dimetilo o cloruro de metilo y mezclas de estos.

- 35 La cuaternización se puede realizar en el producto de condensación de los compuestos (I), (IIa) o

(IIb) y (III) o (IIIa). También es posible llevar a cabo la cuaternización del compuesto de acuerdo con la fórmula (III) o (IIIa) en una primera etapa y luego llevar a cabo la esterificación de los compuestos (I), (IIa) o (IIb) y cuaternizada (III) o (IIIa). Ya sea una parte o la totalidad de los átomos de nitrógeno se pueden cuaternizar. Como una alternativa adicional, si se desea un derivado cuaternizado, un producto de reacción entre la amina grasa alcoxilada terciaria (III) o (IIIa) y un derivado de ácido dicarboxílico (IIa) o (IIb) se pueden reaccionar con un agente alquilante, por ejemplo, cloruro de metilo o sulfato de dimetilo, para obtener un producto que está parcial o totalmente cuaternizado, antes de la reacción con el ácido carboxílico (I). Además, los dos procesos se pueden combinar de modo que primero un compuesto parcialmente cuaternizado se esterifica y el poliéster resultante se cuaterniza adicionalmente.

Las reacciones de cuaternización se realizan normalmente en agua o un solvente, tal como isopropanol o etanol, o en mezclas de estos. Otros solventes alternativos podrían ser éter monobutílico de etilenglicol, éter monobutílico de di(etilenglicol), y otros etilen y propilenglicoles, tales como monoetileglicol y dietilenglicol. La temperatura de reacción de la reacción de cuaternización se encuentra, de forma adecuada, en el intervalo de 20 a 100°C, preferentemente al menos 40°C, más preferentemente al menos 50°C y con mayor preferencia al menos 55°C, y preferentemente como máximo 90°C.

La expresión "totalmente cuaternizada" en el significado de la presente invención significa que "todos los átomos de nitrógeno están cuaternizados o que "todos los átomos de nitrógeno del producto son cuaternarios" lo cual significa que la cantidad total de nitrógeno básico por gramo de compuesto es menor que o igual a 0.2 mmol, preferentemente menos que o igual a 0.1 mmol, más preferentemente menos que o igual a 0.05 mmol.

Como consecuencia, el calor preferentemente se detiene cuando la cantidad de nitrógeno básico es menor que o igual a 0.2 mmol/g, preferentemente menos que o igual a 0.1 mmol/g, más preferentemente menos que o igual a 0.05 mmol/g como puede ser por ejemplo medido mediante titulación con ácido clorhídrico 0.2 N o cualquier otro método adecuado conocido en la técnica.

De acuerdo con una modalidad preferida todos los átomos de nitrógeno del producto son cuaternarios.

La relación molar entre el ácido graso, o la mezcla de ácidos grasos, de acuerdo con la fórmula (I) y la amina grasa alcoxilada (III) o (IIIa) en la mezcla de reacción es 1:1.2 a 1:10, preferentemente

1:1.5 a 1:5, más preferentemente 1:1.8 a 1:4 y con mayor preferencia 1:2 a 1:3. La relación molar entre el ácido dicarboxílico o derivado (IIa) o (IIb) y la amina grasa alcoxilada (III) o (IIIa) es 1:0.7 a 1:5, preferentemente 1:0.8 a 1:4, más preferentemente 1:1 a 1:3, incluso más preferentemente 1:1.2 a 1:2, incluso más preferentemente 1:1.25 a 1:1.8 y con mayor preferencia 1:1.25 a 1:1.8.

5

Los ácidos grasos preferidos de acuerdo con la fórmula (I) se seleccionan del grupo que consiste en ácido 2-etilhexanoico, ácido n-octanoico, ácido n-decanoico, ácido n-dodecanoico, ácido n-tetradecanoico, ácido n-hexadecanoico, ácido palmitoleico, ácido n-octadecanoico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido eicosanoico, ácido docosanoico, ácido tetracosanoico, ácido
10 graso de coco, ácido graso de semilla de colza, ácido graso de soja, ácido graso de sebo, ácido graso de aceite de pino, ácido graso de aceite de palma, ácido gadoleico, ácido erúxico, formas hidrogenadas de estos ácidos, sus haluros, como fluoruros, cloruros, bromuros o haluros y mezclas de estos, se prefiere el ácido graso de sebo;

15 Compuestos preferidos de acuerdo con la fórmula (IIa) y la fórmula (IIb) se seleccionan del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido glutacónico, ácido adípico, ácido mucónico, ácido pimélico, ácido ftálico, ácido tereftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido málico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido subérico, ácido mesacónico, ácido sebácico, ácido azelaico, ácido tartárico, ácido itacónico, ácido glutínico, ácido citracónico, ácido brasílico,
20 ácidododecanedioico, ácido traumático, ácido tápsico, los cloruros de ácidos correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídridos de estos compuestos y mezclas de estos, más preferentemente se seleccionan del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido ftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido málico, ácido tartárico, los cloruros de ácidos correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídridos
25 de estos compuestos y mezclas de estos, y se prefiere el ácido adípico;

Los compuestos preferidos de acuerdo con la fórmula (III) o (IIIa) se preparan mediante la alcoxilación de aminas que se seleccionan del grupo que consiste en 2-etilhexilamina, 2-propilheptilamina, n-octilamina, n-decilamina, n-dodecilamina, (alquil)-amina de coco, n-tetradecilamina, n-hexadecilamina, n-octadecilamina, oleilamina, (alquil)-amina de sebo, (alquil)-
30 amina de sebo hidrogenado, (alquil)-amina de semilla de colza, (alquil)-amina de soja, amina de erucilo, N-(n-decil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(n-dodecil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de coco)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de semilla de colza)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de soja)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo hidrogenado)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(erucil)-N-metil-trimetileno-diamina,
35

isotrideciloxypropilamina y mezclas de estos, se prefieren más el (coco alqui)-amina o (alquilo de sebo)-amina.

5 En una modalidad, las aminas grasas tal como se mencionan anteriormente son alcoxiladas con 2 a 20, preferentemente 2 a 10 unidades de etoxi y/o 2 a 20, preferentemente 2 a 10 unidades de propoxi y/o 2 a 20, preferentemente 1 a 10 unidades de butoxi para obtener compuestos de acuerdo con la fórmula (III) o (IIIa). Los productos alcoxilados aleatoriamente de la fórmula (III) o (IIIa) se pueden obtener al utilizar mezclas de unidades etoxi, unidades propoxi y unidades butoxi. Los bloques se pueden generar al agregar las unidades de alcoxi posteriormente, por ejemplo, primero se añaden las unidades de etoxi y luego se añade la unidad de propoxi y luego unidades de butoxi. La alcoxilación se puede realizar mediante cualquier método adecuado conocido en la técnica al utilizar por ejemplo un catalizador alcalino tal como hidróxido de potasio, o un catalizador ácido.

15 Ejemplos de productos comerciales de acuerdo con la fórmula (III) o (IIIa) incluyen Noramox SD20, Noramox SD15, Noramox S11, Noramox S5, Noramox S7, Noramox S2, Noramox SH2, Noramox O2, Noramox O5, Noramox C2, Noramox C5 y Noramox C15 todos proporcionados por CECA France. Otros ejemplos de productos comerciales de la fórmula (III) incluyen Tomamine® E-17-5 y Tomamine® E-T-2 disponible de productos Air.

20 El agente R^4X se selecciona del grupo que consiste en sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, carbonato de dimetilo, cloruro de bencilo, bromuro de metilo, cloruro de metilo, yoduro de metilo, y mezclas de estos, más preferidos son sulfato de dimetilo o cloruro de metilo. X es preferentemente un anión de carga simple o doble.

25 En la fórmula (1) y (1a), x es un número dentro del intervalo de 1 a 20, preferentemente dentro del intervalo de 1 a 10 y más preferentemente dentro del intervalo de 1 a 6.

30 El valor promedio de p en la fórmula (1) y (1a) depende de las relaciones molares de los compuestos de acuerdo con la fórmula (I), (IIa) o (IIb) y (III) o (IIIa) y en las condiciones de reacción. En una modalidad, p es un número en el intervalo de 1 a 15, preferentemente en el intervalo de 1 a 10 y más preferentemente en el intervalo de 1 a 5.

35 De acuerdo con una modalidad de la presente invención, los compuestos de la fórmula (1) y (1a) pueden tener varios radicales y por lo tanto, pueden comprender una mezcla de diferentes compuestos de la fórmula (1) y (1a).

Además, las moléculas pueden estar presentes en la mezcla de producto que no están completamente esterificadas con ácidos grasos, pero los productos de acuerdo con la fórmula (1) y (1a) son los compuestos clave.

- 5 En una modalidad el compuesto de la fórmula (1) o (1a) se caracteriza de la siguiente forma:
- R^1 CO representa un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o insaturado que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, más preferentemente que tiene de 14 a 24 átomos de carbono y con máxima preferencia que tiene de 16 a 24 átomos de carbono;
- 10 R^2 representa un radical alquileo que tiene de 1 a 20, preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, más preferentemente que tiene 4 átomos de carbono;
- R^3 representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 12 a 24 átomos de carbono;
- 15 R^4 representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente un grupo alquilo que tiene de 1 o 2 átomos de carbono y más preferentemente es un grupo metilo;
- AO es un grupo alquilenoxi, preferentemente un grupo etoxi;
- X es un anión que deriva de un agente alquilante R^4X ; preferentemente cloruro o sulfato;
- x es un número dentro del intervalo 1 a 15, preferentemente en el intervalo de 2 a 10 y más
- 20 preferentemente en el intervalo de 1 a 6;
- p es un número dentro del intervalo 1 a 15; y
- t es 0 o 1, preferentemente 1.

- De acuerdo con aun otra modalidad, el compuesto de la fórmula (1) posee al menos una de las
- 25 siguientes características:

- R^1 deriva de un ácido graso que se selecciona del grupo que consiste en ácido 2-etilhexanoico, ácido n-octanoico, ácido n-decanoico, ácido n-dodecanoico, ácido n-tetradecanoico, ácido n-hexadecanoico, ácido palmitoleico, ácido n-octadecanoico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido eicosanoico, ácido docosanoico, ácido tetracosanoico, ácido graso de coco, ácido
- 30 graso de semilla de colza, ácido graso de soja, ácido graso de sebo, ácido graso de aceite de palma, ácido graso de aceite de pino, ácido gadoleico, ácido erúico, formas hidrogenadas de estos ácidos y mezclas de estos, preferentemente ácido graso de sebo;
- R^2 deriva de un ácido dicarboxílico, un cloruro de ácido dicarboxílico, un diéster de un ácido dicarboxílico, un anhídrido de un ácido dicarboxílico, preferentemente R^2 deriva de un compuesto
- 35 que se selecciona del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido

- glutárico, ácido glutacónico, ácido adípico, ácido mucónico, ácido pimélico, ácido ftálico, ácido tereftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido málico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido subérico, ácido mesacónico, ácido sebácico, ácido azelaico, ácido tartárico, ácido itacónico, ácido glutínico, ácido citracónico, ácido brasílico, ácido dodecanedioico, ácido traumático, ácido tápsico, los cloruros de
- 5 ácidos correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídridos de estos compuestos y mezclas de estos, más preferentemente R^2 deriva de un compuesto que se selecciona del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido ftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido málico, ácido tartárico, los cloruros de ácidos correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídridos de estos compuestos y mezclas de estos, preferentemente
- 10 ácido adípico;
- R^3 , deriva de una amina grasa que se selecciona del grupo que consiste en 2-etilhexilamina, 2-propilheptilamina, n-octilamina, n-decilamina, n-dodecilamina, (alquil)-amina de coco, (alquil) amina de aceite de palma, n-tetradecilamina, n-hexadecilamina, n-octadecilamina, oleilamina, (alquil)-amina de sebo, (alquil)-amina de sebo hidrogenado, (alquil)-amina de semilla de colza, (alquil)-amina de
- 15 soja, amina de erucilo, N-(n-decil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(n-dodecil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de coco)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de semilla de colza)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de soja)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo hidrogenado)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(erucil)-N-metil-trimetileno-diamina, isotrideciloxypropilamina y mezclas de estos, preferentemente (coco alquil)-amina
- 20 o (alquilo de sebo)-amina;
- R^4 deriva de un agente alquilante que se selecciona del grupo que consiste en sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, carbonato de dimetilo, cloruro de bencilo, bromuro de metilo, cloruro de metilo, yoduro de metilo y mezclas de estos, preferentemente sulfato de dimetilo o cloruro de metilo.
- 25 De acuerdo con otra modalidad preferida R^1 , R^2 , R^3 y R^4 se seleccionan de modo que se obtienen polímeros/agentes recolectores que son polímeros de ácido adípico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenada o no) con amina no saturada C_{16} - C_{18} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido adípico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada
- 30 C_8 - C_{16} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido adípico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{18} etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido adípico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{16} - C_{18} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido adípico y ácido
- 35 graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_8 - C_{16} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo

de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido adípico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{18} etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido adípico y ácido oleico con amina no saturada C_{16} - C_{18} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido adípico y ácido oleico con amina no saturada C_8 - C_{16} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido adípico y ácido oleico con amina no saturada C_{18} etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{16} - C_{18} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C_8 - C_{16} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{18} etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{16} - C_{18} and C_{18} etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_8 - C_{16} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{18} etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido oleico con amina no saturada C_{16} - C_{18} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido oleico con amina no saturada C_8 - C_{16} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de anhídrido maleico y ácido oleico con amina no saturada C_{18} etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido sebácico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{16} - C_{18} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido sebácico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C_8 - C_{16} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido sebácico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{18} etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido sebácico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{16} - C_{18} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido sebácico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_8 - C_{16} y C_{18} etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido sebácico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C_{18} etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido sebácico y ácido oleico con amina no

saturada C₁₆-C₁₈ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma),
clorometano cuaternizado, polímeros de ácido sebácico y ácido oleico con amina no saturada C₈-
C₁₆ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido
sebácico y ácido oleico con amina no saturada C₁₈ etoxilada (amina oleilo), clorometano
5 cuaternizado, polímeros de ácido glutárico y ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado
o no) con amina no saturada C₁₆-C₁₈ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de
aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido glutárico y ácido graso de sebo (o
aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C₈-C₁₆ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo
de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido glutárico y ácido graso de sebo (o aceite
10 de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C₁₈ etoxilada (amina oleilo), clorometano
cuaternizado, polímeros de ácido glutárico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no
saturada C₁₆-C₁₈ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma),
clorometano cuaternizado, polímeros de ácido glutárico y ácido graso de coco (hidrogenado o no)
con amina no saturada C₈-C₁₆ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado,
15 polímeros de ácido glutárico y ácido graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C₁₈
etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido glutárico y ácido oleico con
amina no saturada C₁₆-C₁₈ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de
palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido glutárico y ácido oleico con amina no
saturada C₈-C₁₆ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de
20 ácido glutárico y ácido oleico con amina no saturada C₁₈ etoxilada (amina oleilo), clorometano
cuaternizado, polímeros de ácido succínico y ácido graso de sebo (o aceite de palma)
(hidrogenado o no) con amina no saturada C₁₆-C₁₈ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de sebo o
amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido succínico y ácido
graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C₈-C₁₆ y C₁₈
25 etoxilada (o amina alquilo de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido succínico y
ácido graso de sebo (o aceite de palma) (hidrogenado o no) con amina no saturada C₁₈ etoxilada
(amina oleilo), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido succínico y ácido graso de coco
(hidrogenado o no) con amina no saturada C₁₆-C₁₈ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de sebo o
amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido succínico y ácido
30 graso de coco (hidrogenado o no) con amina no saturada C₈-C₁₆ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo
de coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido succínico y ácido graso de coco
(hidrogenado o no) con amina no saturada C₁₈ etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado,
polímeros de ácido succínico y ácido oleico with ethoxylated C₁₆-C₁₈ and C₁₈ unsaturated amine (o
amina alquilo de sebo o amina alquilo de aceite de palma), clorometano cuaternizado, polímeros
35 de ácido succínico y ácido oleico con amina no saturada C₈-C₁₆ y C₁₈ etoxilada (o amina alquilo de

coco), clorometano cuaternizado, polímeros de ácido succínico y ácido oleico con amina no saturada C₁₈ etoxilada (amina oleilo), clorometano cuaternizado, y también los polímeros correspondientes, sulfato de dimetilo o dietilo cuaternizado.

- 5 Entre los polímeros/agentes recolectores anteriores para la etapa b) los polímeros preferidos y aquellos obtenidos de ácidos grasos y aminas etoxiladas grasas donde las cadenas grasas son emitidas de sebo, aceite de palma o coco en su forma hidrogenada u original.

- 10 Los polímeros/agentes recolectores más preferidos para la etapa b) son obtenidos mediante la reacción de ácidos dicarboxílicos o sus derivados de anhídrido que contienen 4, 6 o 10 átomos de carbono con ácidos grasos y aminas etoxiladas grasas donde las cadenas grasas son emitidas de sebo, aceite de palma o coco en su forma original o hidrogenada, así como aquellos obtenidos por la reacción de ácidos dicarboxílicos o sus derivados anhídridos que contienen 4, 6 o 10 átomos de carbono con ácidos grasos y aminas etoxiladas grasas (que contienen entre 2 y 11 unidades de etilénóxido por átomo de nitrógeno) donde las cadenas grasas son emitidas a partir de sebo, aceite de palma o coco en su forma hidrogenada u original.

- 20 Ejemplos de polímeros particularmente interesantes son aquellos obtenidos mediante la reacción de ácido adípico y ácido graso de sebo con amina alquilo de coco etoxilada (5OE), o la reacción de ácido adípico y ácido graso de sebo con amina alquilo de sebo etoxilada (5OE), o la reacción de ácido adípico y ácido graso de sebo con amina alquilo de coco etoxilado (2OE), o la reacción de ácido adípico y ácido graso de sebo con amina alquilo de sebo etoxilada (2OE), así como polímeros obtenidos mediante la reacción de anhídrido maleico y ácido graso de sebo con amina alquilo de coco etoxilada (5OE), o la reacción de anhídrido maleico y ácido graso de sebo con amina alquilo de sebo etoxilado (5OE), o la reacción de anhídrido maleico y ácido graso de sebo con amina alquilo de coco etoxilado (2OE), o la reacción de anhídrido maleico y ácido graso de sebo con amina alquilo de sebo etoxilada (2OE), y también los polímeros obtenidos mediante reacción de ácido sebácico y ácido graso de sebo con amina alquilo de coco etoxilado (5OE), o la reacción de ácido sebácico y ácido graso de sebo con amina alquilo de sebo etoxilado (5OE), o la reacción de ácido sebácico y ácido graso de sebo con amina alquilo de coco etoxilada (2OE), o la reacción de ácido sebácico y ácido graso de sebo con amina alquilo de sebo etoxilada (2OE).

- 35 Los polímeros/agentes recolectores anteriores se pueden cuaternizar. Los polímeros de amonio cuaternarios particularmente preferidos son aquellos obtenidos mediante reacción adicional del polímero de amina terciaria con cloruro de metilo o sulfato de dimetilo.

De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, el agente recolector de la etapa b) es un polímero de ácido adípico y ácido graso de sebo hidrogenado con amina alquilo de coco etoxilado (también conocido como (amina) alquilo de coco) (5OE) que está totalmente cuaternizada con cloruro de metilo. Tal polímero se preparar en la sección experimental como CA1. Sin embargo, el polímero puede también ser cuaternizado con sulfato de dimetilo. De acuerdo con otra modalidad preferida de la presente invención, el agente recolector de la etapa b) es un polímero de ácido adípico y ácido graso de sebo hidrogenado con amina alquilo de sebo etoxilado (también conocido como (amina) alquilo de sebo) (5OE) que está totalmente cuaternizada con cloruro de metilo. De acuerdo con otra modalidad preferida de la presente invención, el agente recolector de la etapa b) es un polímero de ácido succínico y ácido graso de sebo hidrogenado con amina alquilo de coco etoxilado (también conocido como (amina) alquilo de coco) (5OE) que está totalmente cuaternizada con cloruro de metilo. (OE) es la cantidad de equivalentes de óxido de etileno que han sido reaccionados con la amina alquilo graso.

15

Etapas c) del proceso de la invención

La etapa c) del proceso de la invención se refiere a mezclar dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) y dicho agente recolector de la etapa b) en un entorno acuoso para formar una suspensión acuosa.

De acuerdo con una modalidad de la presente invención el al menos un material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) puede mezclarse, en una primera etapa, con agua, y luego, la suspensión obtenida se puede mezclar con el agente recolector de la etapa b) para formar una suspensión acuosa.

El agente recolector de la etapa b) se puede mezclar, en una primera etapa, con agua y luego, la suspensión obtenida se puede mezclar con el al menos un material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) para formar una suspensión acuosa.

De acuerdo con otra modalidad de la presente invención, el al menos un material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) y el agente recolector de la etapa b) se pueden mezclar en una etapa con agua para formar una suspensión acuosa.

Preferentemente, el mezclado se puede llevar a cabo utilizando un molino húmedo, un tanque de mezcla, una bomba de alimentación o un agitador de flotación para mezclar el recolector en la

35

suspensión acuosa.

El mezclado se puede llevar a cabo a temperatura ambiente, es decir, a $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, o a otras temperaturas. De acuerdo con una modalidad el mezclado se puede llevar a cabo a una temperatura de 5 a 40°C , preferentemente de 10 a 30°C y más preferentemente de 15°C a 25°C , o a otras temperaturas. Se puede introducir calor mediante calentamiento interno o mediante una fuente externa o una combinación de estos.

El contenido de sólidos de la suspensión acuosa obtenida mediante el método inventivo se puede ajustar mediante los métodos conocidos por el experto. Para ajustar el contenido de sólidos de un material que contiene impurezas y pigmentos blancos acuoso que comprende suspensión, la suspensión puede ser parcial o completamente deshidratada mediante un proceso de filtración, centrifugación o separación térmica. De manera alternativa, se puede agregar agua al material que contiene impurezas y pigmentos blancos hasta que se obtiene el contenido de sólidos deseado. De manera adicional o alternativa, una suspensión que tiene un contenido inferior apropiado de un material que contiene impurezas y pigmentos blancos se puede agregar a la suspensión acuosa hasta que se obtiene el contenido sólido deseado.

De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) tiene un contenido de sólidos medido tal como se describe en la sección de Ejemplos más adelante de entre 5 y 80 % en peso basándose en el peso total de los sólidos en la suspensión, preferentemente de entre 10 y 70 % en peso, más preferentemente de entre 20 y 60 % en peso y con mayor preferencia entre 25 y 55 % en peso basándose en el peso total de los sólidos en la suspensión.

La suspensión acuosa obtenida en la etapa c) puede tener un pH de 7 a 10, preferentemente de 7.5 a 9.5 y más preferentemente de 8.5 a 9.0.

El o los agentes recolectores inventivos se pueden agregar en la etapa c) en una cantidad de 1 a 5 000 ppm basándose en el peso seco total del material mineral de la etapa a), preferentemente en una cantidad de 20 a 2 000 ppm, más preferentemente en una cantidad de 30 a 1 000 ppm, y con mayor preferencia en una cantidad de 50 a 800 ppm basándose en el peso seco total del material mineral de la etapa a).

La cantidad del agente recolector inventivo se puede ajustar al considerar el área de superficie específica de las impurezas. De acuerdo con una modalidad, el agente recolector inventivo se

puede agregar en la etapa c) en una cantidad de 1 a 100 mg por m² de impurezas en dicho material que contiene pigmentos blancos de la etapa a), preferentemente en una cantidad de 5 a 50 mg por m² de impurezas en dicho material que contiene pigmentos blancos de la etapa a), y más preferentemente de 10 a 45 mg por m² de impurezas en dicho material que contiene pigmentos blancos de la etapa a). El área de superficie específica de las impurezas se mide tal como se describe en la sección de Ejemplos más adelante.

- De manera adicional al material que contiene impurezas y pigmentos blancos a) y el agente recolector b) uno o más aditivos adicionales pueden estar presentes en la suspensión acuosa.
- 10 Aditivos posibles son, por ejemplo agentes que ajustan el pH, solventes (agua, solventes orgánicos y mezclas de estos); depresores, tales como almidón, quebracho, tanino, dextrina y goma guar, y polielectrolitos, tales como polifosfatos y silicato de sodio, que tienen un efecto dispersante, generalmente combinado con un efecto depresor. Otros aditivos convencionales que son conocidos en la técnica de flotación son los espumantes (agentes espumantes), tales como el carbinol
- 15 isobutílico metilo, trietoxi butano, aceite de pino, terpineol y óxido de polipropileno y sus éteres de alquilo, entre los cuales el carbinol isobutílico metilo, trietoxi butano, aceite de pino, terpineol son espumantes preferidos. A modo de ejemplos no taxativos, los aditivos convencionales preferidos son generalmente los espumantes, entre los cuales el terpineol es el más comúnmente utilizado.
- 20 Además, uno o más agentes recolectores convencionales diferentes conocidos en la técnica de flotación, y preferentemente uno o más agentes recolectores catiónicos convencionales pueden encontrarse en la suspensión acuosa formada en la etapa c). Los agentes recolectores catiónicos convencionales preferidos son aquellos que no contienen átomos de azufre, y los que más se prefieren son aquellos que contienen solo átomos de carbono, nitrógeno e hidrógeno y
- 25 opcionalmente átomos de oxígeno. Los agentes recolectores catiónicos convencionales, en forma de sus sales de adición con ácidos, pueden sin embargo contener átomos de azufre, cuando el ácido que salifica comprende en sí mismo átomos de azufre, por ejemplo, ácido sulfúrico, sulfónico o sulfónico alcano.
- 30 Ejemplos de agentes recolectores catiónicos convencionales que pueden estar presentes en la suspensión obtenida de la etapa c) pueden incluir, de modo no taxativo, aminas grasas y sus sales, así como sus derivados alcoxilados, poli(alquilenaminas) grasas y sus sales, por ejemplo, poli(etilenaminas), poli(propilenaminas) y sus sales, así como sus derivados alcoxilados, amidopoliaminas grasas, y sus sales, así como sus derivados alcoxilados,
- 35 amidopoli(alquilenaminas) grasas y sus sales, así como sus derivados alcoxilados, imidazolin

grasas y sus sales, así como sus derivados alcoxilados, ácido carboxílico amino alquilo N-graso y sus sales, por ejemplo, ácido propiónico amino alquilo N-graso y sus sales, aminas de éter alquilo y diaminas de éter alquilo y sus sales, compuestos de amonio cuaternario, por ejemplo, compuestos de amonio cuaternario graso, compuestos de amonio cuaternario mono(alquilo graso), compuestos de amonio cuaternario di(alquilo graso), tales como aquellos descritos en WO 2007/122148 A1, y similares.

Una "poliamina" en el significado de la presente invención es un compuesto que comprende dos o más grupos amina, los grupos amina posiblemente sustituidos, es decir, los dos o más grupos amino pueden ser idénticos o diferentes y ser grupos amina primarios, secundarios o terciarios.

Ejemplos específicos de agentes recolectores catiónicos convencionales que pueden estar presentes en la suspensión obtenida de la etapa c) pueden incluir, de modo no taxativo, cloruro de dicoco-dimetil amonio (CAS RN 61789-77-3), cloruro de coco-dimetilbencil amonio (CAS RN 61789-71-7), cloruro de dimetil bencil amonio de sebo (CAS RN 61789-75-1), monoamina de sebo etoxilada, diacetato de 1,3-propanodiamina-N-sebo (CAS RN 68911-78-4), N,N',N'-tri-hidroxietil propilendiamina de N-sebo (CAS RN 61790-85-0), N,N',N'-tri-hidroxietil N-oleil propilendiamina (CAS RN 103625-43-0), N,N',N'-tri-hidroxietil N-lauril propilendiamina (CAS RN 25725-44-4), imidazolina alquilo graso obtenida mediante condensación de dietilenotriamina y ácido graso oleico (CAS RN 162774-14-3), N,N',N'-tri-hidroxietil N-behenil-propileno diamina (CAS RN 91001-82-0), isodecilo xipropil-1,3-diaminopropano (CAS RN 72162-46-0), metilsulfato de N,N-di(carboxietil de sebo)-N-hidroxietil-N-metil amonio (CAS RN 91995-81-2), ácido N-coco- β -aminopropiónico (CAS RN 84812-94-2), ácido N-lauril- β -aminopropiónico (CAS RN 1462-54-0), ácido N-miristil- β -aminopropiónico (CAS RN 14960-08-8), sus sales de adición con ácidos, sal de sodio de ácido N-lauril- β -aminopropiónico (CAS RN 3546-96-1), sal de trietanolamina de ácido N-lauril- β -aminopropiónico (CAS RN 14171-00-7), sal de trietanolamina de ácido N-miristil- β -aminopropiónico (CAS RN 61791-98-8), así como mezclas de dos o más de los compuestos anteriores, en todas las proporciones, y similares.

Las "eteraminas" y las "eterdiaminas" en el significado de la presente invención son compuestos que comprenden al menos un grupo éter y respectivamente un grupo terminal NH_2 y un grupo terminal NH_2 así como otro grupo amina primario, secundario o terciario.

Si hay aditivos y/o agentes recolectores convencionales en la suspensión, el agente recolector de la presente invención puede estar presente de 1 a 100 % en peso, más preferentemente de 10 a 100

% en peso, típicamente de 20 a 100 % en peso, y de manera ventajosa de 1 a 99 % en peso, más preferentemente de 10 a 99 % en peso, típicamente de 20 a 99 % en peso respecto a la cantidad total del agente recolector y los aditivos adicionales.

5

Etapa d) del proceso de la invención

La etapa d) del proceso de la invención se refiere a pasar un gas a través de la suspensión formada en la etapa c).

10

El gas puede generalmente ser introducido en el recipiente de la etapa d) mediante uno o más puertos de entrada en la mitad inferior del recipiente. De manera alternativa o adicional, el gas se puede introducir mediante puertos de entrada ubicados en un dispositivo de agitación en dicho recipiente. El gas luego sube naturalmente hacia arriba a través de la suspensión.

15

Preferentemente el gas en la presente invención puede ser aire.

El gas puede tener un tamaño de burbuja en la suspensión de entre 0.01 y 10 mm, preferentemente de entre 0.05 y 5 mm y con mayor preferencia entre 0.1 y 2 mm.

20

La velocidad de flujo de gas en la etapa d) se puede ajustar, por ejemplo, entre 0.1 y 30 dm³/min, preferentemente entre 1 y 10 dm³/min y más preferentemente entre 3 y 7 dm³/min en una celda de flotación de 4 dm³.

25

De acuerdo con una modalidad preferida de la invención, la etapa d) puede implementar una celda de agitación y/o columna de flotación y/o un dispositivo de flotación neumático y/o dispositivo de flotación que muestra una inyección de gas.

30

De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, la suspensión acuosa en la etapa d) tiene una temperatura de entre 5 y 90°C, preferentemente entre 10 y 70°C, más preferentemente entre 20 y 50°C y con mayor preferencia entre 25 y 40°C.

La etapa d) puede preferentemente ser realizada bajo agitación. Además, la etapa d) puede ser continua o discontinua.

35

De acuerdo con una modalidad preferida, la etapa d) se realiza hasta que no se forma más espuma o no se puede observar visualmente o hasta que no se pueden recolectar más impurezas en la espuma.

5

Etapa e) del proceso de la invención

La etapa e) del proceso de la invención se refiere a recuperar el producto que contiene pigmentos blancos al extraer la fase que porta pigmentos blancos de la suspensión acuosa obtenida luego de la etapa d).

10

El proceso inventivo comprende al menos una etapa de flotación indirecta. En contraste con la flotación convencional, en la que los pigmentos deseables flotan directamente y son recolectados de la espuma producida, la flotación inversa o indirecta pretende que las impurezas no deseables preferentemente floten o sean quitadas, dejando atrás una suspensión que ha sido concentrada en los pigmentos blancos deseables. De acuerdo con la presente invención, el proceso inventivo lleva a la formación de una espuma que contiene las impurezas y una fase que porta el pigmento blanco con el producto que contiene pigmentos blancos. Las impurezas hidrofobizadas migran a la superficie de la suspensión y están concentradas en una espuma sobrenadante o espuma en la superficie. Esta espuma se puede recolectar al retirarla de la superficie, utilizando por ejemplo una espátula, o simplemente al dejar que la espuma se rebalse y pasar la espuma a un recipiente de recolección separada. Luego de recolectar la espuma, la fase que porta el pigmento blanco que contiene el producto que contiene pigmentos blancos que no flota permanecerá. El producto que contiene el pigmento blanco restante en la suspensión acuosa se puede recolectar mediante filtración para quitar la fase acuosa, mediante decantación o mediante otros medios comúnmente empleados en la técnica para separar los líquidos de los sólidos.

15

20

25

El producto que contiene pigmentos blancos recolectados se puede someter a una o más etapas de flotación de espuma, de acuerdo con la invención, o de acuerdo con métodos de flotación de espuma de la técnica previa.

30

De acuerdo con una modalidad preferida, la fase que porta el pigmento blanco obtenida de la etapa e) puede ser molida antes y/o después de la etapa e).

La etapa de molido se puede llevar a cabo con cualquier dispositivo de molido convencional, por ejemplo, al utilizar un molino de bolas, un triturado de martillo, un molino de barras, un molino

35

vibratorio, un triturador de rodillos, un molino de impacto centrífugo, un molino de esferas vertical, un molino de desgaste por fricción, un molino de espigas, un molino de martillo. Sin embargo, se puede utilizar cualquier otro dispositivo que es capaz de moler el producto que contiene pigmentos blancos recuperado durante el método de la etapa e).

5

La etapa e) del proceso inventivo se puede seguir mediante al menos una etapa de molido o clasificación por ejemplo mediante molido en húmedo y tamizado para lograr una suspensión de producto molido fino y/o al menos una etapa de tratamiento diferente.

- 10 Las impurezas hidrofobizadas obtenidas mediante el proceso inventivo y, preferentemente, los silicatos hidrofobizados que están contenidos en la espuma se pueden recolectar como ya estableció anteriormente. En una modalidad preferida de la invención, las impurezas hidrofobizadas pueden comprender silicatos que tienen un color blanco como por ejemplo wollastonita, caolina, arcilla caolinítica, arcilla caolinítica calcinada, montmorillonita, talco, tierra de
- 15 diatomeas o sepiolita. Más preferentemente, la impureza hidrofobizada consiste en silicatos que tienen un color blanco y más preferentemente la impureza consiste en solo un silicato de color blanco. Por ejemplo, la impureza puede consistir solo en wollastonita o caolina o arcilla caolinítica o arcilla caolinítica calcinada o montmorillonita o talco o tierra de diatomeas o sepiolita. Estas impurezas obtenidas y separadas de los pigmentos blancos de acuerdo con el método de flotación
- 20 inventivo pueden ser procesadas adicionalmente y utilizadas en aplicaciones adecuadas. Las impurezas que contienen solo una apariencia blanca cuando son iluminadas por la luz del día y, preferentemente, que contienen solo un silicato blanco que tiene una apariencia blanca cuando es iluminado por la luz del día obtenida mediante el proceso inventivo se pueden utilizar en la misma manera que el producto que contiene pigmentos blancos, por ejemplo en papel, plástico, pintura,
- 25 recubrimientos, concreto, cemento, cosmética, tratamiento de agua, alimentos, industria farmacéutica, tinta y/o aplicaciones agrícolas.

Producto que contiene pigmentos blancos obtenido mediante el proceso de la invención

30

En una modalidad preferida, el producto que contiene pigmentos blancos obtenido mediante el proceso de la invención puede comprender al menos 95 % en peso de pigmentos blancos, basándose en el peso seco, preferentemente al menos 98 % en peso, más preferentemente al menos 99 % en peso y con mayor preferencia al menos 99.9 % en peso basándose en el peso

35 seco.

En otra modalidad el producto que contiene pigmentos blancos obtenido por el proceso de la invención puede comprender menos de 60 ppm, preferentemente menos de 35, más preferentemente menos de 15 ppm y con mayor preferencia menos de 5 ppm de agente recolector o productos de degradación de este basándose en el peso seco.

El producto que contiene pigmentos blancos así como la fase que porta pigmentos blancos obtenida mediante el proceso inventivo se puede utilizar en papel, plástico, pintura, recubrimientos, concreto, cemento, cosmética, tratamiento de agua, alimentos, industria farmacéutica, tinta y/o aplicaciones agrícolas. Preferentemente, el producto que contiene pigmentos blancos se puede utilizar en un proceso de acabado en húmedo de una máquina de papel, en papel de cigarrillo, cartón, y/o aplicaciones de recubrimiento, o como un soporte para el huecograbado y/o impresión en offset y/o por inyección y/o impresión por inyección continua y/o flexografía y/o electrografía y/o superficies de decoración.

Cuando se utiliza el término “que comprende” en la presente descripción y reivindicaciones, no excluye otros elementos. A efectos de la presente invención, el término “que consiste en” se considera una modalidad preferida del término “que comprende”. Si, en adelante, se define que un grupo comprende al menos una determinada cantidad de modalidades, también debe comprenderse que se describe un grupo, que preferentemente consiste únicamente en estas modalidades.

Cuando se utiliza un artículo definido o indefinido en una mención a un sustantivo singular, p. ej., “una”, “un”, “el” o “la”, se incluye el plural de dicho sustantivo, salvo que se indique específicamente lo contrario.

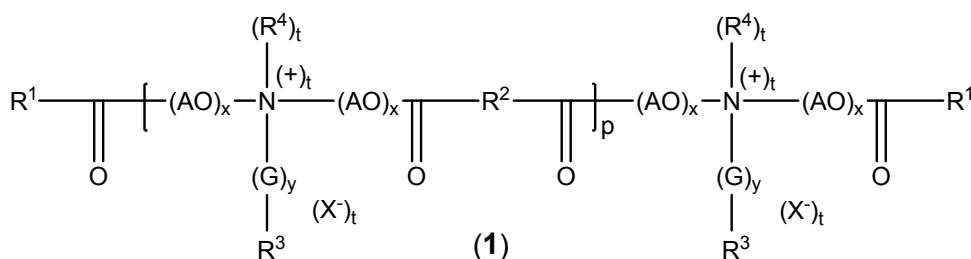
Los términos como “que se puede obtener” o “que se puede definir” y “obtenido” o “definido” se utilizan de manera intercambiable. Esto significa que, por ejemplo, salvo que el contexto establezca claramente lo contrario, la expresión “que se puede obtener” no tiene el significado de indicar que, por ejemplo, una modalidad debe obtenerse mediante por ejemplo la secuencia de etapas después del término “obtener”, aunque dicha comprensión limitada siempre se incluye en los términos “obtenido” o “definido” como una modalidad preferida.

El alcance e interés de la invención se comprenderán mejor en función de los ejemplos a continuación, que pretenden ilustrar determinadas modalidades de la invención y son de carácter no taxativo.

En vista de lo antemencionado, algunos aspectos de la invención se refieren a:

1. El proceso para elaborar productos que contienen pigmentos blancos caracterizados en que dicho proceso comprende las siguientes etapas:

- proporcionar al menos un material que contiene impurezas y pigmentos blancos;
- proporcionar al menos un agente recolector que se selecciona del grupo que consiste en compuestos de la fórmula (1)



donde;

R¹CO representa un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o insaturado que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

R² se selecciona del grupo que consiste en un enlace directo, un radical de alquileo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un radical de alquileo sustituido, donde dicho radical de alquileo es sustituido por 1 o 2 grupos –OH, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquilenilo y un grupo arileno;

R³ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula R⁵-O-(A'O)_w-T-, donde;

R⁵ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

w es un número dentro del intervalo de 0 a 20;

A'O es un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono; y

T representa un grupo alquileo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

R⁴ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo o un grupo bencilo;

AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono;

X representa un anión que deriva de un agente alquilante R⁴X;

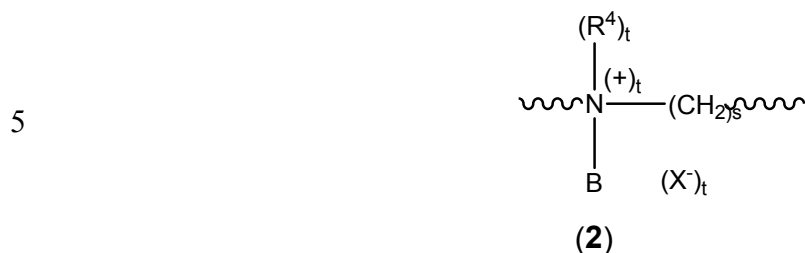
x es un número dentro del intervalo de 1 a 20;

p es un número dentro del intervalo de 1 a 15;

t es 0 o 1;

y es 0 o 1; y

G representa un grupo de la fórmula (2);



donde;

B representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o

10 representa un grupo bencilo;

s es 1, 2 o 3;

R^4 , X y t son tal como se definen anteriormente;

N^+ está conectado a R^3 en la fórmula (1); y

$(\text{CH}_2)_s$ está conectado al átomo de nitrógeno cuaternario en la fórmula (1);

15 c) mezclar dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) y dicho agente recolector de la etapa b) en un entorno acuoso para formar una suspensión acuosa;

d) pasar gas a través de la suspensión formada en la etapa c);

e) recuperar el producto que contiene pigmentos blancos al extraer la fase que porta pigmentos blancos de la suspensión acuosa obtenida luego de la etapa d).

20

2. El proceso de acuerdo con el aspecto 1, donde el proceso implica una etapa de flotación indirecta que lleva a la formación de una espuma que contiene las impurezas y una fase que porta el pigmento blanco con el producto que contiene pigmentos blancos.

25 3. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el pigmento blanco es un pigmento de mineral blanco, preferentemente seleccionado del grupo que consiste en carbonato de calcio natural o carbonato de calcio molido, material mineral que comprende carbonato de calcio, dolomita, barita, óxido de aluminio, dióxido de titanio y mezclas de lo antemencionado.

30

4. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el pigmento mineral blanco es un carbonato de metal alcalinotérreo, preferentemente un carbonato de calcio y con mayor preferencia carbonato de calcio molido.

35 5. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el material que

contiene pigmentos blancos comprende impurezas que se seleccionan del grupo que consiste en sulfuros de hierro, óxidos de hierro, grafito, silicatos y mezclas de estos.

5 6. El proceso de acuerdo con el aspecto 5, donde el silicato se puede seleccionar del grupo que consiste en cuarzo, una mica, una anfibolita, un feldespato, un mineral de arcilla y mezclas de estos, y preferentemente es cuarzo.

10 7. El proceso de acuerdo con el aspecto 5, donde el silicato es un silicato de color blanco que se selecciona del grupo que consiste en wollastonita, caolín, arcilla caolinítica, arcilla caolinítica calcinada, montmorillonita, talco, tierra de diatomeas, sepiolita y mezclas de estos.

15 8. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde la cantidad de pigmento blanco en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) es de 0.1 a 99.9 % en peso, basándose en el peso seco, preferentemente de 30 a 99.7 % en peso, más preferentemente de 60 a 99.3 % en peso y con mayor preferencia de 80 a 99 % en peso, basándose en el peso seco.

20 9. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde la relación del pigmento blanco: impurezas en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) es de 0.1:99.9 a 99.9:0.1, basándose en el peso seco, preferentemente de 30:70 a 99.7:0.3, más preferentemente de 60:40 a 99.3:0.7, y con mayor preferencia de 80:20 a 99:1, basándose en el peso seco.

25 10. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) tiene un diámetro de grano mediano en peso en el intervalo de 1 a 1 000 μm , preferentemente de 3 a 700 μm , más preferentemente de 5 a 500 μm y con mayor preferencia de 10 a 80 μm o de 100 a 400 μm .

30 11. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el compuesto de la fórmula (1) se caracteriza de la siguiente forma:

R^1CO se selecciona del grupo que consiste en un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o no saturado que tiene 12 a 24, preferentemente 14 a 24 y más preferentemente 16 a 24 átomos de carbono;

35 R^2 representa un radical alquileo que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, más preferentemente 4 átomos de carbono;

R³ representa un grupo hidrocarbilo que contiene de 12 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula R⁵-O-(A'O)_w-T-; donde

R⁵ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 12 a 24 átomos de carbono;

w es un número que varía de 0 a 10, preferentemente de 0 a 3;

5 A'O representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono; y

T representa un grupo alquilenoxi que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 2 a 3 átomos de carbono;

R⁴ representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono;

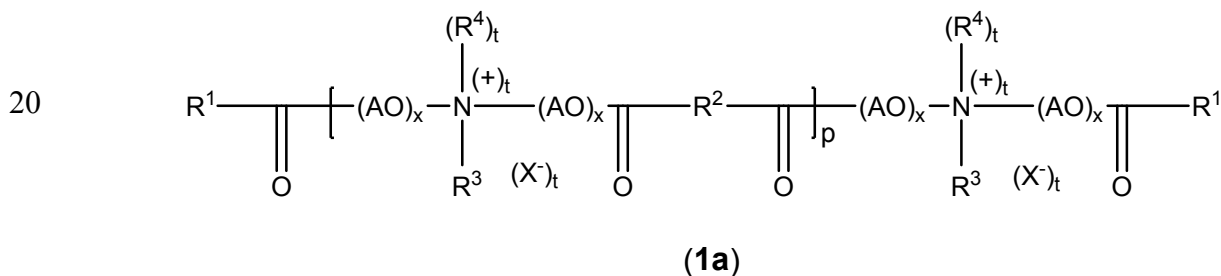
X representa halógeno, sulfato o carbonato;

10 AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono, preferentemente que tiene 2 átomos de carbono;

x es un número dentro del intervalo de 1 a 10; más preferentemente dentro del intervalo de 1 a 6; y

p es un número dentro del intervalo de 1 a 10; preferentemente dentro del intervalo de 1 a 5.

15 12. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el compuesto tal como se proporcionó en la etapa b) se selecciona del grupo que consiste en compuestos de la fórmula **1a**):



25 donde,

AO, p, t, x R¹, R², R³, R⁴ y X son tal como se definen en la reivindicación 1, preferentemente tal como se define en el aspecto 11.

30 13. El proceso de acuerdo con el aspecto 12, donde el compuesto de la fórmula **(1a)** se caracteriza de la siguiente forma:

R¹CO se selecciona del grupo que consiste en un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o no saturado que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, preferentemente que tienen de 14 a 24 átomos de carbono y más preferentemente que tienen de 16 a 24 átomos de carbono;

35 R² representa un radical alquilenoxi que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 2 a 6 átomos de carbono y más preferentemente que tiene 4 átomos de carbono;

R³ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 12 a 24 átomos de carbono;

R⁴ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente un grupo alquilo que tiene de 1 o 2 átomos de carbono y más preferentemente es un grupo metilo;

5 AO es un grupo alquilenoxi, preferentemente un grupo etoxi;

X es un anión que deriva de un agente alquilante R⁴X; preferentemente cloruro o sulfato;

x es un número dentro del intervalo de 1 a 15, preferentemente dentro del intervalo de 2 a 10 y más preferentemente dentro del intervalo de 1 a 6;

p es un número dentro del intervalo de 1 a 15; y

10 t es 0 o 1, preferentemente 1.

14. El Proceso de acuerdo con los aspectos 12 o 13, donde el compuesto de la fórmula (1a) posee al menos una de las siguientes características:

15 R¹ deriva de un ácido graso que se selecciona del grupo que consiste en ácido 2-etilhexanoico, ácido n-octanoico, ácido n-decanoico, ácido n-dodecanoico, ácido n-tetradecanoico, ácido n-hexadecanoico, ácido palmitoleico, ácido n-octadecanoico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido eicosanoico, ácido docosanoico, ácido tetracosanoico, ácido graso de coco, ácido graso de semilla de colza, ácido graso de soja, ácido graso de sebo, ácido graso de aceite de pino, ácido gadoleico, ácido erúcico, formas hidrogenadas de estos ácidos y mezclas de estos,
20 preferentemente ácido graso de sebo;

R² deriva de un ácido dicarboxílico, un cloruro de ácido dicarboxílico, un diéster de un ácido dicarboxílico, un anhídrido de un ácido dicarboxílico, preferentemente R² deriva de un compuesto que se selecciona del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido ftálico,
25 ácido tetrahidroftálico, ácido málico, ácido tartárico, ácido itacónico, los cloruros de ácido correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídrido de estos compuestos y mezclas de estos, preferentemente ácido adípico;

R³, deriva de una amina grasa que se selecciona del grupo que consiste en 2-etilhexilamina, 2-propilheptilamina, n-octilamina, n-decilamina, n-dodecilamina, (alquil)-amina de coco, (alquil) amina de palma, n-tetradecilamina, n-hexadecilamina, n-octadecilamina, oleilamina, (alquil)-amina de sebo, (alquil)-amina de sebo hidrogenado, (alquil)-amina de semilla de colza, (alquil)-amina de soja, amina de erucilo, N-(n-decil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(n-dodecil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de coco)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de semilla de colza)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de soja)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo hidrogenado)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(erucil)-N-metil-trimetileno-
30
35

diamina, isotrideciloxypropilamina y mezclas de estos, preferentemente (coco alqui)-amina o (alquilo de sebo)-amina;

R⁴ deriva de un agente alquilante que se selecciona del grupo que consiste en sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, carbonato de dimetilo, cloruro de bencilo, bromuro de metilo, cloruro de metilo,

5 yoduro de metilo, preferentemente sulfato de dimetilo o cloruro de metilo y mezclas de estos.

15. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el agente recolector de la etapa b) consiste en uno o más compuestos de la fórmula (1) y/o (1a).

10 16. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) tiene un pH de 7 a 10, preferentemente de 7.5 a 9.5 y más preferentemente de 8.5 a 9.0.

15 17. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el agente recolector se agrega en la etapa c) en una cantidad de 1 a 5 000 ppm basándose en el peso seco total del material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a), preferentemente en una cantidad de 20 a 2 000 ppm, más preferentemente en una cantidad de 30 a 1 000 ppm, y con mayor preferencia en una cantidad de 50 a 800 ppm basándose en el peso seco total de dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a).

20 18. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) tiene un contenido de sólidos de entre 5 y 80 % en peso basándose en el peso total de los sólidos en la suspensión, preferentemente de entre 10 y 70 % en peso, más preferentemente de entre 20 y 60 % en peso y con mayor preferencia entre 25 y 55 % en peso
25 basándose en el peso total de los sólidos en la suspensión.

19. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde uno o más aditivos se agregan a la suspensión acuosa antes de, durante o luego de la etapa c), donde los aditivos se seleccionan del grupo que comprende agentes que ajustan el pH, solventes, depresores, polielectrolitos, espumantes y agentes recolectores diferentes de los agentes
30 recolectores de acuerdo con la fórmula (1) o (1a).

20. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) es molida durante y/o luego de la etapa c).

21. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde el gas en la etapa d) es aire.

22. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde la suspensión en la etapa d) tiene una temperatura de entre 5 y 40°C, preferentemente entre 10 y 40°C, más preferentemente entre 10 y 30°C y con mayor preferencia entre 15 y 25°C.

23. El proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes, donde la fase que porta pigmentos blancos obtenida de la etapa e) se dispersa y/o muele antes y/o después de la etapa e) y preferentemente se dispersa y/o muele en la presencia de al menos un agente de dispersión y/o al menos un agente de ayuda de molido.

24. El uso de la fase que porta pigmentos blancos obtenible mediante el proceso de acuerdo con cualquiera de los aspectos precedentes en papel, plásticos, pintura, recubrimientos, concreto, cemento, cosmética, tratamiento de agua, alimentos, industria farmacéutica, tinta y/o aplicaciones agrícolas, donde preferentemente el producto que contiene el pigmento blanco se utiliza en un proceso de acabado en húmedo de una máquina de papel, en papel de cigarrillo, cartón, y/o aplicaciones de recubrimiento, o como un soporte para el huecograbado y/o impresión en offset y/o por inyección y/o impresión por inyección continua y/o flexografía y/o electrografía y/o superficies de decoración.

Ejemplos

1 Métodos de medición

Medición de pH

El pH se midió a 25°C utilizando un medidor de pH Seven Easy de Mettler Toledo y un electrodo de pH InLab® Expert Pro de Mettler Toledo. Una calibración de tres puntos (de acuerdo con el método del segmento) del instrumento se hizo primero utilizando soluciones de amortiguador comercialmente disponibles que tienen valores de pH de 4, 7 y 10 a 20°C (de Aldrich). Los valores de pH informados eran los valores de criterio de valoración detectados por el instrumento (el criterio de valoración fue cuando la señal medida difiere por menos de 0.1 mV del promedio durante los últimos 6 segundos).

Distribución de tamaño de partícula (% en masa de partículas con un diámetro < X) y diámetro de

grano mediano en peso (d_{50}) de material particulado

La Distribución de tamaño de partícula (PSD, por sus siglas en inglés) y el diámetro de grano mediano d_{50} que se correlaciona se midieron mediante Analizadores de Difracción de Láser; ya sea mediante Malvern Mastersizer 2000 en caso de un d_{50} superior a 5 μm o mediante
5 Micromeritics Sedigraph™ 5120 en caso de materiales más finos (< 5 μm). La medición se llevó a cabo en una solución acuosa de 0.1 % en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ y las muestras se dispersaron utilizando un agitador de alta velocidad y ultrasónico antes. Mientras que el Sedigraph funciona a través del método de sedimentación, es decir, un análisis de comportamiento de sedimentación en un campo gravimétrico, el Mastersizer funciona en un modo de circulación.

10

Sólidos en peso (% en peso) de un material en suspensión

Los sólidos en peso se determinaron al dividir el peso del material sólido por el peso total de la suspensión acuosa. El peso del material sólido se determina al pesar el material sólido obtenido al evaporar la fase acuosa de la suspensión y secar el material obtenido hasta un peso constante.

15

Medición de superficie específica (BET)

El área de superficie específica (en m^2/g) del pigmento blanco o de las impurezas se determinó utilizando nitrógeno y el método BET, que es conocido por el experto en la técnica (ISO 9277:2010). El área de superficie total (en m^2) del pigmento blanco o de las impurezas se obtiene
20 luego mediante multiplicación del área de superficie específica y la masa (en g) del pigmento blanco o de las impurezas. El método y el instrumento son conocidos para los expertos en la técnica y se utilizan comúnmente para determinar la superficie específica de los pigmentos blancos o de las impurezas.

25 Medición del brillo e índice amarillo (=YI, por sus siglas en inglés)

Las muestras del proceso de flotación se secaron mediante uso de microondas. Los polvos secos obtenidos se prepararon en una prensa de polvo para obtener una superficie plana y se mide el brillo según Tappi (brillo R457 ISO) de acuerdo con ISO 2469 utilizando un ELREPHO 3000 de la
30 compañía Datacolor. Los resultados para el brillo según Tappi son proporcionados como porcentaje en comparación a un estándar de calibración.

El índice amarillo se ha calculado mediante la siguiente fórmula:

$$\text{YI} = 100 \cdot (R_x - R_z) / R_y$$

Determinación del contenido insoluble de HCl

35 Se pesaron 10 g de material crudo (suspensión o producto seco bajo consideración del contenido

sólido) en un vaso de 400 ml, suspendido en 50 ml de agua desmineralizada (demin.) y mezclado con HCl 40 ml (8N = 25 %). Luego de que la formación de dióxido de carbono ha terminado, la mezcla se hirvió durante 5 minutos, se enfrió a temperatura ambiente y posteriormente se coló en una filtro de membrana previamente pesado. La pared del vaso se enjuagó 3 veces con 20 ml de agua desmineralizada y luego el filtro se secó a 105°C en el microondas hasta que se alcanzó la constancia del peso. Luego de que el filtro se enfrió en el desecador, se pesó de vuelta y el contenido de HCl insoluble (insol.) se calculó de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{HCl - contenido insol. [\% en peso]} = \frac{\text{filtro neto [g]} - \text{tara de filtro [g]}}{\text{muestra pesada [g]} (\text{masa seca de suspensión})} \times 100 \%$$

Determinación de capacidad de carga (carga de superficie)

La carga de superficie de las partículas que portan el agente recolector en la suspensión se midió mediante un Detector de Carga de Partículas Mütek (PCD04 de BTG) utilizando titulación con polietilenosulfonato de sodio (Na-PES) en [μ Val / Kg].

Determinación del valor ácido

El valor ácido se midió mediante titulación potenciométrica utilizando solución de hidróxido de potasio como el reactivo y alcohol isopropílico como un solvente.

En un vaso de 250 mL, se pesan alrededor de 10 g de muestra para analizar de forma precisa (S_w , precisión al mg) y 70 mL de alcohol isopropílico. La mezcla se agita y se calienta suavemente de ser necesario para obtener una muestra homogénea. El electrodo de referencia de vidrio combinado con titulador se introduce en la solución, que se agita luego con un agitador magnético. La titulación de ácido-base de la muestra se realiza utilizando hidróxido de potasio acuoso (KOH) 0.1 N y la evolución de pH se registra en el titulador. El punto equivalente se determina gráficamente utilizando métodos conocidos por el experto en la técnica, y se determina el volumen (V_{KOH} , en mL) de solución de hidróxido de potasio utilizado para alcanzar este punto. El valor ácido (AV) luego se obtiene de acuerdo con el siguiente cálculo:

$$AV = \frac{[\text{Normalidad de solución KOH (mol/L)}] \times 56.1 \times V_{KOH}}{S_w}$$

2 Agentes recolectores

Síntesis de agente recolector 1 (CA1)

Se introdujeron 567 g de ácido graso de sebo hidrogenado y 0.3 g de ácido hipofosforoso (50 %) se introdujeron en un matraz de fondo redondo de 4 litros. La mezcla se calentó a 80°C con burbujeo de nitrógeno, luego el burbujeo se detuvo y se agregaron 219 g de ácido adípico bajo agitación. Luego de 15 minutos, se agregaron 1 872 g de amina alquilo de coco etoxilada (Noramox C5, suministrada por CECA, Francia, contiene 5 moles de grupos etoxi) mientras se aumentaba la temperatura a 120°C. Luego, la temperatura de la mezcla se elevó a 160°C durante un período de 1 hora y la presión en el recipiente se bajó de forma progresiva hasta que se alcanzó una presión de 6.67 kPa (50 mm Hg). Después de una hora a 160°C y 6.67 kPa la mezcla se calentó a 200°C y la mezcla se mantuvo a esa temperatura durante 4 horas. Luego, la temperatura se elevó a 190 °C y se mantuvo hasta que casi todo el ácido se consumió (valor del ácido <5 meq/g). La mezcla se enfrió hasta 60°C y la esteramina resultante (**3**) se recuperó sin tratamiento adicional.

Se cargaron 2 000 g de esteramina (**3**) en un reactor de vidrio de 6 litros y se agregaron 300 g de *iso*-propanol. El cloruro de metilo se agregó hasta que la presión en el reactor de vidrio alcanzó 2.9 bars, luego la temperatura se elevó a 85°C y la mezcla se mantuvo entre 80 a 85°C hasta que ocurrió una reacción completa (la reacción completa se logra cuando la cantidad total de nitrógeno básico es menor o igual a 0.2 mmol·g⁻¹ medido mediante titulación con ácido clorhídrico 0.2 N en *iso*-propanol). Luego la mezcla se dejó enfriar hasta 65 °C y la presión se reduce a presión atmosférica. Luego de 2 horas de burbujeo de nitrógeno a través de la mezcla, el agente recolector obtenido 1 (**CA1**) se recuperó y se diluyó con *iso*-propanol para alcanzar un contenido de *iso*-propanol de 30 % en peso que se determina mediante análisis de cromatografía de gas apropiado. El agente recolector (**CA1**) también es conocido como polímero de ácido adípico y ácido graso de sebo hidrogenado con amina alquilo de coco etoxilado (también conocido como (amina) alquilo de coco) (5OE) que está totalmente cuaternizada con cloruro de metilo.

25

Agente recolector 2 (**CA2**) (comparativo)

Reactivo Lupromin FP 18 AS, esterquat polimérico, comercialmente disponible de BASF

Agentes recolectores 3 a 9 (**CA3** a **CA9**)

30 Los siguientes otros agentes recolectores (CA3 a CA9) han sido preparados siguiendo las mismas condiciones de reacción que en el ejemplo 1 y se obtienen al reaccionar los siguientes compuestos:

35

Tabla 1: Agentes recolectores CA3 a CA9.

Agentes recolectores	ácido graso (I)	Amina grasa alcoxilada (III)	ácido dicarboxílico o un derivado (II)	Relación molar (I)/(III)	Relación molar (II)/(III)	Agente alquilante R ⁴ X para reacción de cuaternización
CA3	ácido graso de sebo	amina alquilo de sebo etoxilado (5OE)	ácido adípico	0.5	0.75	cloruro de metilo

CA4	ácido graso de sebo	amina alquilo de coco etoxilado (2OE)	ácido adípico	0.5	0.75	cloruro de metilo
CA5	ácido graso de coco	amina alquilo de sebo etoxilado (2OE)	ácido sebácico	0.5	0.75	cloruro de metilo
CA6	Ácido graso de sebo	amina alquilo de sebo etoxilado (5OE)	anhídrido maleico	0.4	0.6	cloruro de metilo
CA7	ácido graso de aceite de palma	amina alquilo de de aceite de palma etoxilado (5OE)	ácido adípico	0.4	0.6	cloruro de metilo
CA8	ácido graso de sebo	amina alquilo de coco etoxilado (2OE)	anhídrido maleico	0.4	0.6	cloruro de metilo
CA9	ácido graso de sebo	amina alquilo de sebo etoxilado (11OE)	ácido adípico	0.4	0.6	cloruro de metilo

En la Tabla 1 los ácidos grasos de la fórmula (I) y la amina grasa alcoxilada de la fórmula (III) se describen por el origen de la cadenaalquilo grasa. La cantidad de equivalentes de óxido de etileno

(OE) que han sido reaccionados con las aminas alquilo grasas se proporciona entre paréntesis. Todos los agentes recolectores CA3 a CA9 están completamente cuaternizados.

5 Los agentes recolectores CA3 a CA9 también mostraron propiedades buenas en el proceso para elaborar productos que contienen pigmentos blancos de acuerdo con la presente invención.

3 Pruebas de flotación

10 Todas las pruebas de flotación de espuma se realizaron a temperatura ambiente ($20 \pm 2^\circ\text{C}$) en una celda de flotación de laboratorio Outotec, equipada con un agitador de gasificación cónico con agitación de 1 600 rpm con el uso de una celda de vidrio de 4 dm^3 de capacidad. El contenido de los sólidos de la suspensión de material que contiene impurezas y pigmentos blancos acuosa
15 agregada a la máquina de flotación fue de 33 % en peso seco, dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos procedentes de depósitos de rocas de mármol sedimentarios con diferentes orígenes, que ya ejecutan un proceso de flotación. El agua utilizada era agua de canilla original de cada proceso de flotación local.

20 80 % una dosificación practicada típica del agente de flotación fue proporcionado en el principio del ensayo y se mezcló dentro de un tiempo de acondicionamiento de 2 minutos. Una segunda dosificación se agregó dependiendo del producto de espuma lograda y de las impurezas vistas visualmente en la celda.

25 Un gas de flotación, que consiste en aire, luego se introdujo mediante orificios situados a lo largo del eje del agitador a una velocidad de aproximadamente $2 \text{ dm}^3/\text{min}$.

La espuma creada en la superficie de la suspensión se separó de la suspensión mediante rebalse y retiro de esta hasta que no se pudo recolectar más espuma, y tanto la suspensión restante como la espuma recolectada se deshidrataron y se secaron para formar dos concentrados para equilibrio
30 de masa y análisis de calidad como determinación de fracción de carbono.

Los Ejemplos Comparativos están marcados con una "C" luego del número de Ejemplo

Ejemplos 1 a 3

35 Para los Ejemplos 1 a 3, se selecciona un material que contiene impurezas y pigmentos blancos

del depósito de mármol de Gummern en Austria. El material contiene 3.21 % en peso de impurezas determinadas mediante determinación de fracción de carbono. El material se tritura y se muele previamente hasta obtener un tamaño de molido mediano d_{50} de 20 μm . El material se trata de acuerdo con el proceso anteriormente mencionado. Los datos de prueba se resumen en la siguiente Tabla 2.

Tabla 2: Pruebas de flotación.

Datos de flotación.				Producto que comprende pigmentos blancos		
Prueba n.º	Agente recolector	Cantidad de agente recolector [ppm]	Tiempo de flotación [minutos]	Impurezas [% en peso] ^{a)}	Brillo según Tappi	índice amarillo
1	CA1	400	15	0.06	93.16	2.62
2	CA1	500	20	0.04	93.93	2.26
3	CA1	600	25	0.02	94.37	2.05
4C	CA2	400	20	0.95	90.70	1.94
5C	CA2	500	20	0.08	93.58	2.22
6C	CA2	600	25	0.06	93.90	2.09

a) Impurezas expresadas como compuestos insolubles en HCL 8N

Tal como se puede recopilar de los Ejemplos 1 a 3, el proceso inventivo para la elaboración de productos que comprenden pigmentos blancos muestra buenos resultados (baja cantidad de impurezas en el producto que contiene pigmentos blancos, altos valores para brillos según Tappi y valores bajos para índices amarillos) incluso a cantidades bajas del agente recolector (Ejemplo 1: 400 ppm) dentro de la suspensión acuosa. Un proceso de acuerdo con los Ejemplos Comparativos 4C a 6C utiliza agentes recolectores de acuerdo con la técnica previa y proporciona un producto que comprende una cantidad mayor de impurezas y que tiene un brillo inferior particularmente a cantidades de agentes recolectores más bajas (ve el Ejemplo 1 con Ejemplo Comparativo 4C).

4 Pruebas de estabilidad

Para investigar la estabilidad del reactivo, se agitó en paralelo a 20 °C y a 40 °C durante 24 h y la reducción de la carga Mytek positiva se controló por períodos de tiempo definidos al utilizar Na-PES como agente de titulación aniónico. Los productos resultantes se utilizaron después para pruebas de flotación de laboratorio en comparación con los originales. Las pruebas de flotación se realizaron a pH natural de 8.5 a 9.

Tabla 3: Pruebas de estabilidad

Agente recolector	Temperatura [°C]	Tiempo [h:min]	Capacidad de carga [μVal/kg]
CA1 (inventivo)	20	0	8 624
CA1 (inventivo)	20	1:41	8 673
CA1 (inventivo)	20	5:00	8 201
CA1 (inventivo)	20	24:47	7 155
CA1 (inventivo)	40	0	8 624
CA1 (inventivo)	40	1:12	8 692
CA1 (inventivo)	40	5:29	8 182
CA1 (inventivo)	40	22:52	7 252
CA2 (comparativo)	20	0	12 051
CA2 (comparativo)	20	1:38	11 075
CA2 (comparativo)	20	4:58	90 53
CA2 (comparativo)	20	23:30	61 63
CA2 (comparativo)	40	0	12 051
CA2 (comparativo)	40	1:12	8 805
CA2 (comparativo)	40	5:29	6 320
CA2 (comparativo)	40	22:52	5 101

La capacidad de carga del agente recolector de acuerdo con la invención se reduce a 17 % a 20 °C y a 16 % a 40 °C luego de aproximadamente 24 h, mientras que el agente recolector de acuerdo con lo anterior muestra una reducción de la capacidad de carga a 49 % a 20 °C y 58 % a 40 °C. Los resultados confirman que los agentes recolectores de acuerdo con la invención muestran una estabilidad mayor en comparación con agentes recolectores de la técnica previa.

Las pruebas de flotación de acuerdo con las condiciones como se proporcionan en la sección 3 se

llevaron a cabo con los agentes recolectores originales (n.º de prueba 10 y 12C) y con agentes recolectores que han sido almacenados durante 24 horas a 40°C como una solución acuosa a 1 % en peso (n.º de prueba 11 y 13C).

5 **Tabla 4:** Pruebas de flotación.

10	Datos de flotación.				Producto que comprende pigmentos blancos
15	Prueba n.º	Agente recolector	Cantidad de agente recolector [ppm]	Tiempo de flotación [minutos]	Impurezas [% en peso] ^{a)}
	7	CA1	600	25	0.02
	8	CA1	600	25	0.05
20	9C	CA2	600	30	0.06
	10C	CA2	600	30	1.49

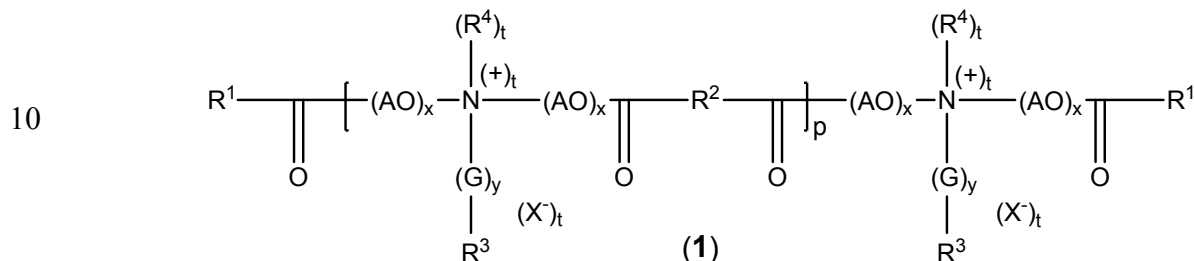
25 a) Impurezas expresadas como compuestos insolubles en HCL 8N

Los resultados mostrados en la Tabla 4 anteriormente confirman que el desempeño de los agentes recolectores de acuerdo con la invención antes y después del almacenamiento es mayor que el desempeño de los agentes recolectores de la técnica previa. Incluso luego de 24 horas de almacenamiento el desempeño de los agentes recolectores de acuerdo con la invención es mayor que el desempeño de los agentes recolectores de la técnica previa original (comparación de la prueba n.º 8 con prueba n.º 9C).

Reivindicaciones

1. El proceso para elaborar productos que contienen pigmentos blancos caracterizados en que dicho proceso comprende las siguientes etapas:

- 5 a) proporcionar al menos un material que contiene impurezas y pigmentos blancos;
b) proporcionar al menos un agente recolector que se selecciona del grupo que consiste en compuestos de la fórmula (1)



donde;

15 R¹CO representa un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o insaturado que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

R² se selecciona del grupo que consiste en un

i) enlace directo,

20 ii) una cadena de hidrocarburo saturado o insaturado, lineal o ramificado C₁-C₂₀, opcionalmente sustituido por uno o más grupos -OH, uno o más grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquenileo y/o un grupo arileno, preferentemente

A) un radical de alquileo que tiene de 1 a 20, más preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente un radical de alquileo sustituido, donde dicho radical de alquileo sustituido está sustituido por 1 o 2 grupos -OH, 1 o 2 grupos metilo y/o metileno, un grupo 25 cicloalquileo, un grupo cicloalquenileo y/o un grupo arileno o

B) un radical de alquenileo que tiene de 1 a 20, preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, más preferiblemente un radical de alquenileo sustituido, donde dicho radical de alquenileo sustituido está sustituido por 1 o 2 grupos -OH, 1 o 2 grupos metilo y/o metileno, un grupo cicloalquileo, un grupo cicloalquenileo y/o un grupo arileno;

30 R³ se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula R⁵-O-(A'O)_w-T-, donde;

R⁵ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono;

w es un número dentro del intervalo de 0 a 20;

A'O es un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono; y

35 T representa un grupo alquileo que tiene de 1 a 6 átomos de carbono;

R^4 se selecciona del grupo que consiste en un grupo hidrocarbilo o un grupo bencilo;

AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono;

X representa un anión que deriva de un agente alquilante R^4X , donde X representa halógeno, sulfato o carbonato;

5 x es un número dentro del intervalo de 1 a 20;

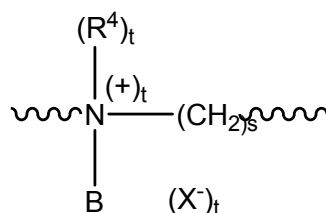
p es un número dentro del intervalo de 1 a 15;

t es 0 o 1;

y es 0 o 1; y

G representa un grupo de la fórmula (2);

10



15

(2)

donde;

B representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono o

representa un grupo bencilo;

s es 1, 2 o 3;

20 R^4 , X y t son tal como se definen anteriormente;

N^+ está conectado a R^3 en la fórmula (1); y

$(\text{CH}_2)_s$ está conectado al átomo de nitrógeno cuaternario en la fórmula (1);

c) mezclar dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) y dicho agente recolector de la etapa b) en un entorno acuoso para formar una suspensión acuosa;

25 d) pasar gas a través de la suspensión formada en la etapa c);

e) recuperar el producto que contiene pigmentos blancos al extraer la fase que porta pigmentos blancos de la suspensión acuosa obtenida luego de la etapa d).

2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde el proceso implica una etapa de
30 flotación indirecta que lleva a la formación de una espuma que contiene las impurezas y una fase que porta el pigmento blanco con el producto que contiene pigmentos blancos.

3. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el
pigmento blanco es un pigmento de mineral blanco, preferentemente seleccionado del grupo que
35 consiste en carbonato de calcio natural o carbonato de calcio molido, material mineral que

comprende carbonato de calcio, dolomita, barita, óxido de aluminio, dióxido de titanio y mezclas de lo antemencionado.

4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el pigmento mineral blanco es un carbonato de metal alcalinotérreo, preferentemente un carbonato de calcio y con mayor preferencia carbonato de calcio molido.

5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el material que contiene pigmentos blancos comprende impurezas que se seleccionan del grupo que consiste en sulfuros de hierro, óxidos de hierro, grafito, silicatos y mezclas de estos.

6. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, donde el silicato se puede seleccionar del grupo que consiste en cuarzo, una mica, una anfibolita, un feldespato, un mineral de arcilla y mezclas de estos, y preferentemente es cuarzo.

7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 5, donde el silicato es un silicato de color blanco que se selecciona del grupo que consiste en wollastonita, caolín, arcilla caolinítica, arcilla caolinítica calcinada, montmorillonita, talco, tierra de diatomeas, sepiolita y mezclas de estos.

8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la cantidad de pigmento blanco en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) es de 0.1 a 99.9 % en peso, basándose en el peso seco, preferentemente de 30 a 99.7 % en peso, más preferentemente de 60 a 99.3 % en peso y con mayor preferencia de 80 a 99 % en peso, basándose en el peso seco.

9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la relación del pigmento blanco: impurezas en el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) es de 0.1:99.9 a 99.9:0.1, basándose en el peso seco, preferentemente de 30:70 a 99.7: 0.3, más preferentemente de 60:40 a 99.3:0.7, y con mayor preferencia de 80:20 a 99:1, basándose en el peso seco.

10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a) tiene un diámetro de grano mediano en peso en el intervalo de 1 a 1 000 μm , preferentemente de 3 a 700 μm , más preferentemente de 5 a 500 μm y con mayor preferencia de 10 a 80 μm o de 100 a 400 μm .

11. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el compuesto de la fórmula (1) se caracteriza de la siguiente forma:

R^1CO se selecciona del grupo que consiste en un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o no saturado que tiene 12 a 24, preferentemente 14 a 24 y más preferentemente 16 a 24 átomos de carbono;

R^2 representa un radical alquileo que tiene de 2 a 6 átomos de carbono, más preferentemente 4 átomos de carbono;

R^3 representa un grupo hidrocarbilo que contiene de 12 a 24 átomos de carbono o un grupo de la fórmula $R^5-O-(A'O)_w-T-$; donde

R^5 representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 12 a 24 átomos de carbono;

w es un número que varía de 0 a 10, preferentemente de 0 a 3;

$A'O$ representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono; y

T representa un grupo alquileo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 2 a 3 átomos de carbono;

R^4 representa un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono;

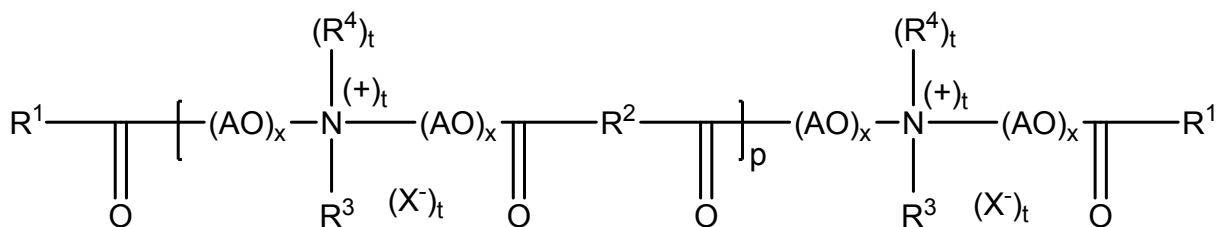
X representa halógeno, sulfato o carbonato;

AO representa un grupo alquilenoxi que tiene de 2 a 4 átomos de carbono, preferentemente que tiene 2 átomos de carbono;

x es un número dentro del intervalo de 1 a 10; más preferentemente dentro del intervalo de 1 a 6; y

p es un número dentro del intervalo de 1 a 10; preferentemente dentro del intervalo de 1 a 5.

12. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el compuesto tal como se proporcionó en la etapa b) se selecciona del grupo que consiste en compuestos de la fórmula (1a):



(1a)

donde,

AO , p , t , x , R^1 , R^2 , R^3 , R^4 y X son tal como se definen en la reivindicación 1, preferentemente tal como se define en la reivindicación 11.

13. El proceso de acuerdo con la reivindicación 12, donde el compuesto de la fórmula (1a) se caracteriza de la siguiente forma:

R¹CO se selecciona del grupo que consiste en un grupo acilo lineal o ramificado, saturado o no saturado que tiene de 12 a 24 átomos de carbono, preferentemente que tienen de 14 a 24 átomos de carbono y más preferentemente que tienen de 16 a 24 átomos de carbono;

R² representa un radical alquileo que tiene de 1 a 20, más preferentemente de 1 a 10 átomos de carbono, incluso más preferentemente de 2 a 6 átomos de carbono y con mayor preferencia de 4 átomos de carbono;

R³ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 8 a 24 átomos de carbono, preferentemente que tiene de 12 a 24 átomos de carbono;

R⁴ representa un grupo hidrocarbilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, preferentemente un grupo alquilo que tiene de 1 o 2 átomos de carbono y más preferentemente es un grupo metilo;

AO es un grupo alquilenoxi, preferentemente un grupo etoxi;

X es un anión que deriva de un agente alquilante R⁴X; preferentemente cloruro o sulfato;

x es un número dentro del intervalo de 1 a 15, preferentemente dentro del intervalo de 2 a 10 y más preferentemente dentro del intervalo de 1 a 6;

p es un número dentro del intervalo de 1 a 15; y

t es 0 o 1, preferentemente 1.

14. El Proceso de acuerdo con la reivindicación 12 o 13, donde el compuesto de la fórmula (1a) posee al menos una de las siguientes características:

R¹ deriva de un ácido graso que se selecciona del grupo que consiste en ácido 2-etilhexanoico, ácido n-octanoico, ácido n-decanoico, ácido n-dodecanoico, ácido n-tetradecanoico, ácido n-hexadecanoico, ácido palmitoleico, ácido n-octadecanoico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linolénico, ácido eicosanoico, ácido docosanoico, ácido tetracosanoico, ácido graso de coco, ácido graso de semilla de colza, ácido graso de soja, ácido graso de sebo, ácido graso de aceite de palma, ácido graso de aceite de pino, ácido gadoleico, ácido erúcico, formas hidrogenadas de estos ácidos y mezclas de estos, preferentemente ácido graso de sebo;

R² deriva de un ácido dicarboxílico, un cloruro de ácido dicarboxílico, un diéster de un ácido dicarboxílico, un anhídrido de un ácido dicarboxílico, preferentemente R² deriva de un compuesto que se selecciona del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido glutacónico, ácido adípico, ácido mucónico, ácido pimélico, ácido ftálico, ácido tereftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido málico, ácido maleico, ácido fumárico, ácido subérico, ácido mesacónico, ácido sebácico, ácido azelaico, ácido tartárico, ácido itacónico, ácido glutínico, ácido

citracónico, ácido brasílico, ácido dodecanedioico, ácido traumático, ácido tápsico, los cloruros de ácidos correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídridos de estos compuestos y mezclas de estos, más preferentemente R^2 deriva de un compuesto que se selecciona del grupo que consiste en ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido adípico, ácido pimélico, ácido ftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido málico, ácido tartárico, los cloruros de ácidos correspondientes, ésteres de metilo o etilo o anhídridos de estos compuestos y mezclas de estos, preferentemente ácido adípico;

R^3 , deriva de una amina grasa que se selecciona del grupo que consiste en 2-etilhexilamina, 2-propilheptilamina, n-octilamina, n-decilamina, n-dodecilamina, (alquil)-amina de coco, (alquil) amina de aceite de palma, n-tetradecilamina, n-hexadecilamina, n-octadecilamina, oleilamina, (alquil)-amina de sebo, (alquil)-amina de sebo hidrogenado, (alquil)-amina de semilla de colza, (alquil)-amina de soja, amina de erucilo, N-(n-decil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(n-dodecil)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de coco)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de semilla de colza)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de soja)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(alquilo de sebo hidrogenado)-N-metil-trimetileno-diamina, N-(erucil)-N-metil-trimetileno-diamina, isotrideciloxypropilamina y mezclas de estos, preferentemente (coco alqui)-amina o (alquilo de sebo)-amina;

R^4 deriva de un agente alquilante que se selecciona del grupo que consiste en sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo, carbonato de dimetilo, cloruro de bencilo, bromuro de metilo, cloruro de metilo, yoduro de metilo, preferentemente sulfato de dimetilo o cloruro de metilo y mezclas de estos.

15. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el agente recolector de la etapa b) consiste en uno o más compuestos de la fórmula (1) y/o (1a).

16. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) tiene un pH de 7 a 10, preferentemente de 7.5 a 9.5 y más preferentemente de 8.5 a 9.0.

17. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el agente recolector se agrega en la etapa c) en una cantidad de 1 a 5 000 ppm basándose en el peso seco total del material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a), preferentemente en una cantidad de 20 a 2 000 ppm, más preferentemente en una cantidad de 30 a 1 000 ppm, y con mayor preferencia en una cantidad de 50 a 800 ppm basándose en el peso seco total de dicho material que contiene impurezas y pigmentos blancos de la etapa a).

18. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) tiene un contenido de sólidos de entre 5 y 80 % en peso basándose en el peso total de los sólidos en la suspensión, preferentemente de entre 10 y 70 % en peso, más preferentemente de entre 20 y 60 % en peso y con mayor preferencia entre 25 y 55 % en peso basándose en el peso total de los sólidos en la suspensión.
19. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde uno o más aditivos se agregan a la suspensión acuosa antes de, durante o luego de la etapa c), donde los aditivos se seleccionan del grupo que comprende agentes que ajustan el pH, solventes, depresores, polielectrolitos, espumantes y agentes recolectores diferentes de los agentes recolectores de acuerdo con la fórmula (1) o (1a).
20. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la suspensión acuosa obtenida en la etapa c) es molida durante y/o luego de la etapa c).
21. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el gas en la etapa d) es aire.
22. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la suspensión en la etapa d) tiene una temperatura de entre 5 y 40°C, preferentemente entre 10 y 40°C, más preferentemente entre 10 y 30°C y con mayor preferencia entre 15 y 25°C.
23. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la fase que porta pigmentos blancos obtenida de la etapa e) se dispersa y/o muele antes y/o después de la etapa e) y preferentemente se dispersa y/o muele en la presencia de al menos un agente de dispersión y/o al menos un agente de ayuda de molido.
24. El uso de la fase que porta pigmentos blancos obtenible mediante el proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes en papel, plásticos, pintura, recubrimientos, concreto, cemento, cosmética, tratamiento de agua, alimentos, industria farmacéutica, tinta y/o aplicaciones agrícolas, donde preferentemente el producto que contiene el pigmento blanco se utiliza en un proceso de acabado en húmedo de una máquina de papel, en papel de cigarrillo, cartón, y/o aplicaciones de recubrimiento, o como un soporte para el huecograbado y/o impresión en offset y/o por inyección y/o impresión por inyección continua y/o flexografía y/o electrografía y/o superficies de decoración.

RESUMEN

La presente invención se trata de un proceso para elaborar productos que contienen pigmentos
5 blancos. Los productos que contienen pigmentos blancos se obtienen de al menos un material que
contiene impurezas y pigmentos blancos mediante flotación de espuma.

10

15

20

25

30

35