



339431

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de:

MINERALS & CHEMICALS PHILIPP CORPORATION

entidad norteamericana, domiciliada en
Menlo Park, New Jersey, U.S.A., relativa
a:

"METODO PARA REDUCIR EL TAMAÑO DE MICRO-
PARTICULAS"

=====

Inventores: Daniel Andrew Jacobs y James
Benjamín Duke.

339431



MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Esta invención se refiere en general a la pulverización de material sólido finamente dividido y, específicamente, a la pulverización de material sólido finamente dividido (es decir, en micropartículas) que presenta resistencia a ser triturado hasta un polvo impalpable. - - - - -

10. El material finamente dividido, especialmente el mineral, suele micronizarse (es decir, reducirse a polvo impalpable) en molinos que tienen una muy alta absorción de energía. En un tipo de micronizador, que suele conocerse como molino de energía de fluidos, el material que debe triturarse se suspende en una corriente de material gaseoso, como por ejemplo aire o vapor. La subdivisión del sólido resulta del impacto, a alta velocidad, de partícula a partícula.

15. En otro tipo de micronizador, que también emplea una muy alta absorción de energía, el material se suspende en un líquido junto con medios trituradores sólidos, y se somete la mezcla a un batido o agitación intensivos. Se han sugerido varias formas de este último tipo de micronizador, siendo un ejemplo el procedimiento descrito en una publicación del Departamento del Interior de Estados Unidos, Oficina de Minas, por I.L. Feld y otros, titulado: "Paper coating clay from coarse Georgia kaolin by a new attrition grinding process" (Arcilla

20.

339431



de recubrimiento de papel a partir de caolín de Georgia grueso mediante un nuevo procedimiento de trituración por frotamiento). - - - - -

- En contraste con los procedimientos antes mencionados, que requieren alta absorción de energía e intensiva agitación del material de carga, se halla el proceso de trituración descrito en la patente norteamericana 3.097.801 concedida a James B. Duke, titulada "Método para triturar arcilla caolín". Este proceso constituye una desviación fundamental de los procedimientos de micronización de la antigua técnica por cuanto utiliza una agitación muy suave con relativamente baja absorción de energía. Según este procedimiento, con el material de arcilla finamente dividido se forma un limo acuoso fluido y se mezcla con arena que sea lo bastante fina para pasar por un tamiz de malla 10 y lo bastante gruesa para ser retenida por un tamiz de malla 35 (es decir arena de malla entre 10 y 35). Un cilindro liso se llena parcialmente con la mezcla y se hace girar a una velocidad periférica relativamente baja, inferior a la velocidad crítica, por ejemplo de 200 a 300 pies (aproximadamente, de 60 a 90 m) por minuto. Se han logrado resultados notables por cuanto las laminillas de arcilla de tamaño de micras, que son muy duras y resistentes a la pulverización, se han pulverizado de modo efectivo. - - - - -

25. Un propósito de esta invención es mejorar la eficiencia del mencionado procedimiento de pulverización en el cual se hace girar un limo fluido del material que debe pul-



339431

verizarse y un medio de pulverización finamente dividido, a velocidad relativamente baja en un tambor o cilindro. - - -

5. Un propósito específico es mejorar el rendimiento de la pulverización obtenible haciendo girar un limo de material de carga finamente dividido con un medio de pulverización en partículas. - - - - -

10. Esta invención es resultado del descubrimiento inesperado de que empleando un medio de pulverización finamente dividido de peso específico sustancialmente superior al del medio pulverizador de arena del procedimiento antes mencionado de J. B. Duke, y utilizando el medio de pulverización pesado en forma de partículas redondas, el régimen de la pulverización que puede realizarse por rotación controlada de un limo de material de carga con el medio pulverizador queda aumentado hasta un extremo considerable. Este resultado fué sorprendente ya que se esperaba que un medio pulverizador de alta densidad finamente dividido debería tener demasiada inercia para dar la requerida acción pulverizadora. E-
15. llo era especialmente verdad debido a que una característica general de los procedimientos de pulverización que emplean
20. medios pulverizadores granulares finos (por ejemplo los procedimientos descritos en las patentes norteamericanas 1.956.293, concedida a P. Klein y otros, y la 2.581.414, a Hochberg) es que estos procedimientos emplean medios pulverizadores de peso ligero, como por ejemplo arena o productos
25. cerámicos. Estos procedimientos no utilizan metales pesados como el acero, que se restringen en general en su empleo

339431



- en procesos que utilizan el medio pulverizador en forma de partículas grandes, por ejemplo las bolas de 1/2 pulgada (aproximadamente, 12,7 mm) usadas en un molino de bolas. Estos molinos se usan para hacer trituraciones relativamente bastas y funcionan de modo diferente al de los antes mencionados sistemas de micronización que pulverizan en la gama de tamaños de malla de 10 micras. Además, fué muy sorprendente que el medio pulverizador pesado era eficaz cuando se hallaba en forma de partículas redondas y, en comparación, era ineficaz cuando era en forma de partículas angulosas. - - - -
- 5.
- 10.

- Al llevar a cabo la presente invención, el medio pulverizador que se usa es un material abrasivo o brufidor que tiene un peso específico sustancialmente mayor, preferiblemente por lo menos el doble, que el peso específico de la arena (sílice), que es aproximadamente 2,6. Un medio pulverizador preferido es el acero, que tiene un peso específico de aproximadamente 7,0 a 7,9 según su composición. Una característica esencial del medio pulverizador pesado finamente dividido es que es generalmente redondo de forma. Así, se puede usar medio pulverizador de acero en forma de pequeñas bolas de acero de aproximadamente 1/32 a 1/8 de pulgada (aproximadamente, de 0,8 a 3,2 mm) de diámetro (alrededor malla 6 a 20, Tyler). No obstante los resultados deseados no se obtienen con un medio pulverizador pesado anguloso, como granalla de acero o virutas de acero. El medio abrasivo no precisa ser realmente de forma esférica, ya que los perdigones de acero, que suelen ser de forma ovoide, han producido excelentes resultados. Se puede usar el perdigón de acero en la
- 15.
- 20.
- 25.

6 ABR.



339431

- condición "directamente de fundición". En este caso el perdigón estará por lo general exento de escama de los productos de perdigón térmicamente tratados. Cuando debe usarse perdigón con escamado, hay que quitar la escama antes de usar el perdigón. Ello puede lograrse, por ejemplo, agitando el perdigón en una dispersión de arcilla de alto pH, por ejemplo un pH de 10 a 12, tamizando los perdigones bruñidos del limo de arcilla y recuperando los perdigones.
- 5.
10. Otros medios pulverizadores que tienen alto paso específico incluyen: el ferrosilicio, especialmente ferrosilicio al 15% de Fe, que tiene un peso específico de 6,8; el carburo de tungsteno, material muy pesado que tiene un peso específico de 15,6; y la magnetita que tiene un peso específico de 5,2.
15. Otra característica esencial del medio pulverizador es que está compuesto de partículas predominantemente dentro de unos límites determinados de tamaño de malla, a saber entre malla 4 y 35 (Tyler). En otras palabras el mayor porcentaje en peso, y con preferencia sustancialmente todo, del medio pulverizador ha de ser lo bastante fino para pasar por un tamiz de malla 4 (Tyler) y lo bastante grueso para ser retenido por un tamiz de malla 35 (Tyler). Los resultados de seados no se consiguen con medios pulverizadores que sean demasiado finos o demasiado gruesos. - - - - -
- 20.
25. Una amplia variedad de material de tamaño inferior a malla 325 (unos 40 micrones), natural y sintético, puede reducirse en su tamaño de partícula mediante el procedimiento de esta invención. El procedimiento funciona bien con ma-



339431

3 AB

- terial cristalino que es muy duro y difícil de pulverizar en la gama de tamaños inferiores a 10 micras, por ejemplo arcilla caolín, calcita y talco. El procedimiento es también muy efectivo con material no cristalino (amorfo), como por ejemplo arcilla caolín calcinada. El procedimiento es especialmente susceptible de pulverizar material que sea de peso específico relativamente bajo, es decir material que tenga un peso específico inferior a aproximadamente 3,0. Se han logrado excelentes resultados al pulverizar material que tenía un peso específico dentro de los límites de aproximadamente 2 a aproximadamente 3. Por tanto, una característica de este procedimiento es que la densidad del material que debe pulverizarse es apreciablemente inferior a la densidad del medio pulverizador que se usa. - - - - -
- 5.
- 10.
15. Al llevar la invención a la práctica, el material que debe pulverizarse, de un tamaño inferior a malla 325, se mezcla en agua u otro líquido para formar limo, usando si es preciso un agente dispersante para dar fluidez al limo. Con material más fácil de pulverizar, la proporción de material pulverizable sólido respecto a líquido se hallará entre los límites de aproximadamente 10 a 50 partes en peso del material pulverizable sólido por 50 a 90 partes en peso de líquido, es decir la carga del material que debe pulverizarse será en forma de un limo que contiene de 10% a 50% de sólidos, basados en peso, con exclusión del medio pulverizador. El contenido de sólidos del limo variará según la naturaleza del líquido, y del sólido, y está limitado por la necesidad de formar un limo que sea distintamente fluido.
- 20.
- 25.

339431



En caso de arcilla virgen (no calcinada) o arcilla calcinada, que responden muy bien al procedimiento, se prefieren limos con del 20 al 30% de sólidos. - - - - -

5. El limo se carga en un tambor horizontal que esté exento de aletas, deflectores o agitadores, de modo que el limo llene sólo parcialmente el tambor. Es preferible cargar el tambor con un volumen de limo tal que el limo junto con el medio pulverizador añadido llene casi la mitad del tambor o esté algo por debajo del punto medio del tambor cuando el
10. tambor está en reposo. - - - - -

15. El medio pulverizador finamente dividido se añade al limo flúido (o viceversa) en una cantidad tal que las partículas del medio pulverizador queden completamente sumergidas en el limo cuando el tambor con el limo y el medio pulverizador se halla detenido. Se han logrado resultados especialmente buenos cuando el volumen de las partículas del medio pulverizador era de aproximadamente una tercera parte de la capacidad de volumen del tambor pulverizador, y todo el contenido del tambor, incluido el medio pulverizador, ocupaba
20. casi la mitad del volumen del tambor cuando éste estaba en reposo. En otras palabras, cuando las partículas del medio pulverizador de acero ocupaban casi los dos tercios del volumen total de la carga del tambor. - - - - -

25. El tambor horizontal y su contenido se hacen girar alrededor del eje horizontal del tambor a una velocidad determinada o específica, la cual velocidad es inferior a la crítica. Dicha velocidad es tal que el medio pulverizador y

339431



el material que debe pulverizarse permanecen suspendidos en el limo durante la pulverización y el limo con el medio en suspensión tiende a subir por el tambor en la dirección de rotación del tambor. El limo con el medio pulverizador suspendido permanece sustancialmente como cuerpo unitario o integral (en oposición a un cuerpo fuertemente agitado en el que tiene lugar un amplio chapoteo del líquido o en el que una parte sustancial del medio pulverizador salta del líquido y sube y vuelve a descender al líquido). Dentro del cuerpo unitario el medio pulverizador se mueve en una trayectoria generalmente continua, sustancialmente elíptica. - - - - -

5.

10.

El limo que contiene el medio pulverizador se revuelve hasta que las partículas de microtamaño de limo se han pulverizado hasta el tamaño deseado. El tiempo para efectuar el grado deseado de pulverización está típicamente dentro de los límites de 10 minutos a 10 horas, y suele estar dentro de los límites de 1/2 hora a 2 horas. - - - - -

15.

Una vez terminada la rotación, se separa el limo del medio pulverizador mediante sedimentación y decantación, o por tamizado. Para obtener los sólidos del limo en forma seca, el limo puede flocularse, filtrarse, secarse y triturarse. Si se emplea un medio pulverizador metálico tal como es el acero con pigmentos de color claro o pastel o cargas como arcilla o talco, puede producirse alguna mancha de metal en el material de carga debido al continuo impacto de la carga mineral con el medio metálico. Si es necesario o deseable, la mancha metálica, como por ejemplo la oxidación por hierro,

20.

25.

339431



- puede quitarse de las partículas minerales mediante reactivos de blanqueo como por ejemplo hidrosulfito de zinc. No obstante, la cantidad de reactivo de blanqueo requerida puede ser excesiva y, en algunos casos, el pigmento o carga puede no blanquearse hasta la brillantez que normalmente se obtiene con el reactivo blanqueador. Pulverizando con cantidades adecuadas de hidróxido sódico o ceniza de sosa en el limo, la mancha de hierro puede eliminarse completamente. Así, incorporando suficiente sosa cáustica o ceniza de sosa al
5. limo disperso para llevar el pH a un valor dentro de los límites de 10 a 12, el pigmento o carga pulverizado con perdigón de acero tendrá un aspecto blanqueado normal. En realidad, con algunas trituras, el producto blanqueado puede ser insospechadamente brillante, indicando que el pigmento es restregado simultáneamente con la reducción del tamaño de partícula. La reducción de las manchas de hierro deriva aparentemente del hecho de que el perdigón no se oxida en el molino. La pasivación del perdigón introduciendo sosa cáustica o ceniza de sosa en el limo es factor activo en la
10. limitación de corrosión de los perdigones durante el uso. Esta pasivación es probablemente resultado de la presencia en la pulpa de pigmento de una combinación de aniones, a saber los aniones condensados de fosfato y/o silicato del dispersante de pigmento, y los iones hidroxílicos del aditivo básico.
15. Usando ceniza de sosa para ajustar el pH habrán también presentes iones carbonato. Estos aniones probablemente contribuyen a la pasivación cuando están presentes. Una ventaja del procedimiento de la invención es que el medio pulveriza-
- 20.
- 25.

339431



5. dor permanece pasivado por prolongados períodos. Así, el medio puede ser reciclado en pruebas de fabricación intermitentes o puede usarse en circuitos continuos de pulverización. Es bien conocido que la pasivación del hierro es a menudo temporalmente sensible y/o de corta duración. La pasivación del hierro con ácido nítrico es un ejemplo familiar de pasivación inestable. Otros inhibidores de corrosión, eliminadores de oxígeno y agentes de desoxidación pueden añadirse al limo de pigmento para evitar la contaminación de

10. hierro durante la pulverización con perdigones. - - - - -

15. Si bien la suspensión en el tambor de pulverizado consta de material inferior a malla 325 para pulverizar, líquido (normalmente agua) y medio pulverizador finamente dividido, se entenderá de modo claro que puede hallarse presente otro material en la suspensión. Por ejemplo, puede incorporarse un agente dispersante a la mezcla para obtener suspensiones de adecuada fluidez o movilidad. Como se ha mencionado antes, pueden añadirse pequeñas cantidades de agentes alcali o agentes de quelación a las suspensiones para

20. evitar o minimizar la mancha de metal. Asimismo pueden usarse mezclas de medio pulverizador de alto peso específico. -

25. Al poner en práctica esta invención el molino de pulverización puede ser cualquier recipiente horizontal que tenga un interior cilíndrico liso, como por ejemplo un tambor. Las superficies interiores del molino deben ser lisas y humedecibles por el medio líquido. No se consiguen los resultados apetecidos cuando el líquido de la carga no humedece

339431



- la superficie interior del tambor. Como se ha mencionado antes, el tambor debe estar exento de deflectores u otros medios de agitación. El recipiente de pulverización está dotado de medios que hacen girar continuamente el recipiente alrededor de su eje horizontal como, por ejemplo, mediante rodillos sobre los que descansa el recipiente. Para fabricaciones experimentales a pequeña escala, será suficiente una tinaja o recipiente de vidrio de cuello abierto que tenga un cuerpo cilíndrico. Los molinos comerciales pueden adaptarse para pulverizar en circuito cerrado conectando el molino en serie con un sistema clasificador para quitar los finos que se van produciendo y reciclar los tamaños mayores. - - - - -
- 5.
- 10.

Se dan los siguientes ejemplos para ilustrar mejor la presente invención y mostrar algunas de sus ventajas. - -

- 15.
- 20.
- 25.
- En estos ejemplos, a menos que se indique otra cosa, todas las proporciones representan proporciones en peso, y todos los tamaños de malla se refieren a valores medidos en tamices Tyler. Todo tamaño de partícula del material de carga se refiere al tamaño de partículas finales y se expresa en micras (equivalente diámetro esférico = e.d.e.). El tamaño de partículas en la gama de tamaños de partículas se determinó por sedimentación según procedimiento descrito en las normas TAPPI T649 sm-54; los datos de tamaños de partícula en gamas por debajo de 0,5 micras se determinaron por simple modificación del método TAPPI que preveía el uso de una centrifuga de brazo largo, como se describe en una publicación por F. H. Norton y S. Speil en J. Am. Ceramic Soc., 21,89 (1938).



339431

Los valores de brillantez se refieren a valores obtenidos con un espectrofotómetro registrador General Electric calibrado con un normal blanco puro que tiene una reflectancia de 100% en todas las longitudes de onda del espectro visible. El analizador de color espectrofotómetro registrador General Electric viene descrito por Hardy, A.C., J. Optical Soc. A., 28,10 (1938). - - - - -

5.

El molino giratorio experimental de un galón (aproximadamente, 3,8 l) usado en los ejemplos era una tinaja de vidrio cilíndrica de boca abierta que descansaba horizontalmente sobre un par de rodillos horizontales acoplados a una transmisión de velocidad variable de forma que hicieran girar continuamente la tinaja alrededor de su eje horizontal sin vibrar la tinaja. La velocidad de 100 r.p.m. usada en los experimentos es el 93% de la velocidad crítica y corresponde a una velocidad periférica de aproximadamente 300 pies/minuto (aproximadamente, 90 m/minuto). A esta velocidad, el contenido de la tinaja tenía la acción requerida para pulverizar, como se ha descrito antes. - - - - -

10.

15.

EJEMPLO I

20.

Se sometió arcilla caolín calcinada a varias pruebas de pulverización para obtener un producto de tamaño inferior a 2,0 micras. - - - - -

25.

Según esta invención, se revolvió un limo acuoso de arcilla caolín calcinada inferior a malla 325 en un tam-

339431



bor giratorio con bolas de acero de 1/32" (aproximadamente, 0,8 mm) (aproximadamente malla 20). Luego se compararon los resultados con los obtenidos substituyendo las bolas de acero por arena sílice angular de malla entre 10 y 35 (como la usada en los ejemplos ilustrativos de la patente norteamericana 3.097.801 concedida a James B. Duke). - - - - -

5.

La arcilla de partida usada en estas pruebas se obtuvo calcinando una fracción de tamaño fino de arcilla caolín de Georgia en un horno Nichols Herreshoff. La fracción de tamaño fino de arcilla era 100% inferior a malla 325 y casi el 90% inferior a 2,0 micras antes de la calcinación y alrededor del 90% inferior a 3,5 micras y casi el 75% inferior a 2,0 micras después de la calcinación. El tamaño medio de partícula de la arcilla calcinada alimentada era de 1,3 micras (e.d.e.) (El término "tamaño medio de partícula" se describe en la patente norteamericana 3.097.801). - - - - -

10.

15.

La arcilla calcinada se convirtió en limo y luego se pulverizó en una tinaja de un galón (aproximadamente, 3,8 l) como sigue: Se añadieron a la tinaja doscientos gramos de arcilla junto con 600 ml de agua, 0,7 gramos de pirofosfato tetrasódico y 1400 ml de bolas de acero de 1/32" (aproximadamente, 0,8 mm) (Abbott). La tinaja con su contenido se colocó horizontalmente sobre un par de rodillos horizontales acoplados a una transmisión de velocidad variable, y se hicieron girar los rodillos en direcciones opuestas, a la misma velocidad. Como resultado, la tinaja giró continuamente alrededor de su eje horizontal. La carga se hizo girar

20.

25.

339431



- a unas 98 r.p.m. (300 pies por minuto, aproximadamente, 90 m) durante unas dos horas. Después de revuelto, el limo se decantó de las bolas de acero y se pasó por un tamiz de malla 325 para separar el limo de las bolas de acero. Se flo-
5. culó el limo con adición de ácido sulfúrico, se filtró y se-
có. Un análisis de tamaño de partícula del producto de arcilla calcinada tuvo lugar a continuación. Luego se repitió la prueba con un volumen equivalente de arena (Whitehead nº 1) que substituyó las bolas de acero. En ambos casos se em-
10. pleó un período de pulverización de dos horas. - - - - -

- Se obtuvo una curva de distribución del tamaño de partícula de la parte inferior a malla 325 a partir del análisis del tamaño de partícula del material alimentado, y se comparó esta curva con las curvas de los productos obtenidos
15. revolviendo la arcilla calcinada con bolas de acero o arena durante los mismos períodos de pulverización. Los resultados, resumidos en la Tabla I, indican que usando pequeñas bolas de acero, según esta invención, el tamaño medio de partícula de la arcilla calcinada se redujo a un valor de sólo 0,58
20. micras. Esto representó una reducción del 50% en el tamaño medio de partícula ya que lo alimentado tenía un tamaño medio de partícula de 1,3 micras. Usando el medio pulverizador de arena de la técnica anterior, sin embargo, el tamaño medio del material pulverizado era de 0,78 micras. Así, cuando se
25. empleó el medio pulverizador de acero pesado, el tamaño medio de partícula del producto pulverizado era 40% inferior que cuando se empleaba el medio pulverizador de arena de la téc-

339431



nica anterior. -----

Los datos de la Tabla I indican también que las bolas de acero eran especialmente eficaces para pulverizar las fracciones de tamaño más fino de lo alimentado, sobre todo la fracción inferior a 1,0 micras. Así, usando las bolas de acero había casi el doble más de arcilla calcinada inferior a 1,0 micras producida por la pulverización, si se compara con la pulverización por arena. -----

TABLA I
 EFECTO DEL MEDIO PULVERIZADOR SOBRE LA PULVERIZACION DE
 ARGILLA CALCINADA

Tamaño de partícula de la arcilla calcinada en micras	Distribución del tamaño de partícula de arcilla calcinada alimentada en % de peso, más fina que	MEDIO PULVERIZADOR	
		Bolas de acero de 1/32" (0,8 mm)	Arena de sílice de malla entre 10 y 35
20,0	No determinado	100	100
10,0	96	100	100
5,0	93	100	100
2,0	73	98	95
1,0	33	83	60
0,5	5	40	18
0,3	0	13	0

Distribución del tamaño de partícula del producto pulverizado, % en peso más fina que



339431

EJEMPLO II

- Se realizaron una serie de pruebas de pulverización similares a las del ejemplo I con una fracción de tamaño grueso de arcilla caolín de Georgia no calcinada (NoKarb) que había sido obtenida por clasificación hidráulica de un crudo de arcilla caolín de Georgia. El tamaño medio de partícula de la arcilla alimentada era de 4,8 micras y el objetivo de la operación de pulverización era obtener un contenido máximo de partículas de arcilla inferiores a 2,0 micras en el producto. En las pruebas, la arcilla de malla entre 10 y 35 se comparó con las bolas de acero de 1/32" (aproximadamente, 0,8 mm) en fabricaciones de pulverización realizadas durante varios períodos de pulverización. Se halló que las bolas de acero de 1/32" (aproximadamente, 0,8 mm) produjeron casi el mismo tamaño de producto en 30 minutos que un volumen igual de arena, producido en unos 120 minutos. Según esta comparación, las bolas de acero eran casi cuatro veces más eficaces que la arena para micronizar la fracción de tamaño grueso de la arcilla en forma natural. - - - - -

20. EJEMPLO III

- Se hicieron pruebas para ilustrar el uso del medio pulverizador de acero en forma de perdigones de acero para pulverizar arcilla NoKarb con producción máxima de partículas de arcilla inferiores a 2,0 micras. Como en los ejemplos anteriores, los resultados de pulverizar con medios pulverizadores pesados se compararon con los resultados con la arena

339431



de sílice Whitehead nº 1. - - - - -

5. Se usaron dos distintas muestras de perdigones de acero, ambas de entre malla 10 y 35. Las muestras de perdigones, suministradas bajo los nombres comerciales "S280" y "S390" (Wheelabrator Corporation) habían sido producidas comercialmente fundiendo chatarra de acero premium, formando perdigones, dándoles tratamiento térmico y calibrándolos. Se sabía que la densidad de los perdigones de acero era de un mínimo de 7,3 g/cc determinada por desplazamiento de alcohol. Los análisis de tamiz de las dos muestras de perdigones se dan a continuación junto con un análisis de tamiz de la arena Whitehead nº 1. Estos análisis muestran que todos los medios pulverizadores usados eran de malla entre 10 y 35, y por tanto de tamaño generalmente similar. Los análisis indican también que los perdigones "S280" eran algo más finos que la arena, mientras que los perdigones "S390" eran algo más gruesos que la arena nº 1. - - - - -

10.

15.

ANÁLISIS DE TAMIZADO DE LOS MEDIOS PULVERIZADORES

<u>Tamaño malla</u>	<u>Porcentaje en peso</u>		
	<u>Arena nº 1</u>	<u>Perdigones de acero</u>	
		<u>"S390"</u>	<u>"S280"</u>
- 8, +10	1,0	0	0
-10, +14	31,4	11,7	0
-14, +20	46,4	86,3	32,7
-20, +28	17,5	1,6	67,0
-28, +35	3,0	0,4	0,2



339431

-35, +48	0,5	trazas	0,1
-48	0,2	-	-
<hr/>	<hr/>	<hr/>	<hr/>
Compuesto	100,0	100,0	100,0

5. La arcilla NoKarb se mezcló con agua para formar limo, usando 200 gramos de arcilla y 600 gramos de agua. El limo se colocó en una tinaja de vidrio de un galón (aproximadamente, 3,8 l) junto con 1400 ml de medio pulverizador y 0,3 gramos de silicato sódico tipo "0" (que contiene aproximadamente 9% de Na₂O, 29% de SiO₂ y 62% de agua, partes en peso). La tinaja se hizo rodar de modo continuo a 100 r.p.m. durante 30 minutos. Luego se separó el medio pulverizador del limo de arcilla pasando por tamiz de malla 325. El limo se

10. flocculó con ácido sulfúrico, se filtró, se secó y se analizó en cuanto a la distribución del tamaño de partícula por el método de sedimentación. El tamaño medio de partícula de los productos obtenidos con los distintos medios pulverizadores de malla entre 10 y 35 se registra en la Tabla II. - - - -

TABLA II

EFFECTO DE LA COMPOSICION DE LOS MEDIOS PULVERIZADORES SOBRE LA PULVERIZACION DE UNA FRACCION DE TAMAÑO GRUESO DE ARCILLA CAOLIN
 (TAMAÑO MEDIO DE PARTICULA 4,8 MICRAS)

<u>Medio pulverizador</u>	<u>Tamaño medio de partícula del producto de arcilla pulverizada, en micras</u>
Perdigones acero "S280"	1,40
Perdigones acero "S390"	1,40
Arena nº 1	2,74

339431



5. Los datos de la tabla II muestran que cuando se emplearon perdigones de acero de malla entre 10 y 35 la partícula media de la arcilla pulverizada era dos veces más pequeña que cuando se empleó arena de casi el mismo tamaño que los perdigones. Una comparación del tamaño medio de los productos de arcilla pulverizados con el tamaño medio de la arcilla alimentada (4,8 micras) muestra que los perdigones de acero fueron casi 200% más eficaces que la arena para reducir el tamaño medio de partícula de la arcilla. - - - -

10. Usando la arena, se encontró que casi el 37% del producto era más fino que 2,0 micras, en comparación con el 16% en lo alimentado. Cuando se empleó perdigones "S280", el 65% del producto era inferior a 2,0 micras. Así, se obtuvo, con los perdigones de acero, más del doble de la nueva arcilla deseada inferior a 2,0 micras. - - - - -

15.

EJEMPLO IV

20. Para estudiar el efecto de la forma de un medio pulverizador de acero sobre la eficacia de pulverizado en el procedimiento, se obtuvieron muestras de granalla de acero comercial semejante en la distribución del tamaño de partícula a los perdigones "S280" y "S390" de acero. La granalla ("G12" y "G16" productos de Wheelabrator Corporation) había sido producida machacando perdigones de acero y tamizando el material triturado. Se sabía que la densidad de las muestras de granalla de acero era de un mínimo de 7,6

25. gramos por cc determinada por desplazamiento de alcohol. La



339431

granalla era en general en forma de bolas cuarteadas y se observó que era de forma distintamente angulosa si se examinaba bajo una lupa. - - - - -

- Se dan a continuación los análisis de tamizado de
5. las muestras de granalla de malla entre 10 y 35, que muestran que la granalla era en general similar en tamaño al medio pulverizador de perdigones de acero del ejemplo anterior. Una muestra de granalla ("G12") era un poco más gruesa que el medio pulverizador de arena de la técnica anterior, y la
10. otra muestra de granalla ("G16") era algo más fina que el medio pulverizador de arena. - - - - -

ANALISIS DE TAMIZADO DE LOS MEDIOS PULVERIZADORES

<u>Tamaño de malla</u>	<u>% en peso</u>	
	<u>Granalla de acero</u>	
	<u>"G12"</u>	<u>"G16"</u>
- 8, +10	1,1	0
-10, +14	88,6	0,2
-14, +20	10,1	50,0
-20, +28	0,2	49,5
-28, +35	0	0,3
-35, +48	-	-
<u>-48</u>	<u>-</u>	<u>-</u>
Compuesto	100,0	100,0

Usando las muestras de granalla de acero como medio pulverizador se repitió enteramente el procedimiento del

339431



- ejemplo precedente. Se encontró que cuando se usaba cada una de las granallas angulosas en vez de los perdigones sustancialmente redondos, el tamaño medio de partícula de los productos era de 2,4 micras, en comparación con el tamaño medio de partícula de 1,4 obtenido usando perdigones de tamaño similar. Usando la granalla "G12" ó "G16", sólo cosa de un 40% en peso de los productos era más fino de 2,0 micras en comparación con el 16% inferior a las 2,0 micras de la arcilla alimentada y el 65% inferior a las 2,0 micras del producto de arcilla usando los perdigones (S280). Así, casi el 25% más de arcilla del tamaño deseado inferior a las 2,0 micras se producía usando perdigones de acero en vez de granalla de tamaño similar. - - - - -

EJEMPLO V

15. Según esta invención, se micronizó piedra caliza inferior a malla 325 que tenía una densidad de 2,71 g/cc (Chemcarb nº 11) con bolas de acero de 1/8" (aproximadamente, 3,2 mm) colocando 200 gramos de piedra caliza, 600 ml de agua blanda y 6965 gramos de bolas de acero de 1/8" (aproximadamente, 3,2 mm) en una tinaja de un galón (aproximadamente, 3,8 l) y haciendo girar la tinaja con su contenido durante 2 horas a 100 r.p.m., aproximadamente. El procedimiento se repitió substituyendo un volumen igual de las bolas de acero de 1/8" (aproximadamente, 3,2 mm) por arena Whitehead nº 1. -
- 20.
25. Se da a continuación la distribución del tamaño de partícula de la carga de piedra caliza y productos pulveriza-



339431

6 ABR

dos, ilustrando la señalada superioridad de las pequeñas bolas de acero sobre la arena en la micronización de la piedra caliza. - - - - -

TABLA III

EFEECTO DE LA COMPOSICION DEL MEDIO PULVERIZADOR
SOBRE LA PULVERIZACION DE PIEDRA CALIZA

Tamaño de partícula de la piedra caliza en micras	Piedra caliza alimentada	Distribución del tamaño de partícula en % de peso, más fina que	
		Piedra caliza pulverizada	
		Bolas de acero de 1/8" (3,2 mm)	arena de sílice de malla entre 10 y 35
15	99	100	100
10	92	100	98
5	73	100	88
2	40	96	57
1	17	74	22
0,5	8	20	8
Tamaño medio de partícula (e.d.e.)	3,0	0,7	1,7

EJEMPLO VI

5. Se puso en mesa de concentración una muestra de mineral de talco y se obtuvo un concentrado acuoso inferior



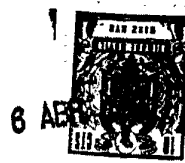
339431

- a malla 35. Según esta invención, 426 gramos del concentrado de mesa acuoso con 47,0% de sólidos se diluyó hasta 25% de sólidos en agua blanda y se colocó en una tinaja de un galón (aproximadamente, 3,80 l) con 6965 gramos de bolas de acero de 1/8" (aproximadamente, 3,2 mm). La tinaja con su contenido se hizo girar durante 2 horas a 100 r.p.m. y el contenido se tamizó por un tamiz de malla 14 para separar el medio pulverizador de la pulpa de talco. La pulpa de talco inferior a malla 14 se espesó por sedimentación y se blanqueó con hidrosulfito de zinc, se filtró, se lavó y se secó a 175°F (aproximadamente, 79°C). A fin de determinar el tamaño de las partículas individuales de talco más que el tamaño de los aglomerados de talco en el producto seco, la pulpa acuosa fue tamizada por medio de un procedimiento de tamizado en húmedo a través de un tamiz de malla 325. Se encontró que cuando la pulpa de mineral se pulverizaba del modo descrito, el producto contenía 92,6% en peso del material que pasa la malla 325.-

- En cambio, cuando una muestra similar del mineral de talco concentrado en mesa al 50% de sólidos se pulverizaba durante 2 horas en un molino Abbe Single Assay tipo "A" (de 8,75" de diámetro, aproximadamente, 222 mm) conteniendo 12,7 libras (aproximadamente, 5,75 kg) de cilindros "Alundum" de 3/4 de pulgada (aproximadamente, 19,1 mm) y hecho girar a 65 r.p.m. durante 4 horas, se tamizaba, filtraba y secaba, el producto contenía sólo el 64,1% de mineral inferior a malla 325 cuando se probaba con el procedimiento de tamizado en húmedo. - - - - -

La arcilla usada en los ejemplos siguientes era

339431



arcilla "NoKarb" fracción de tamaño grueso de arcilla caolín obtenida batiendo un crudo de caolín de Georgia en solución diluida de silicato sódico, separando grano para eliminar partículas superiores a malla 325 y fraccionando el limo desgranado con separación a 2 micras (equivalente diámetro esférico, o e.d.e.). La fracción que contenía la arcilla gruesa ("NoKarb") tenía un contenido de sólidos de aproximadamente un 30% en peso y contenía silicato sódico dispersante. Las arcillas "NoKarb" se usaron en forma de limos acuosos obtenidos por este procedimiento. - - - - -

Los perdigones empleados en las pruebas eran de acero, tal como salen de fundición, malla 10/35. Los perdigones estaban limpios y exentos de signos visibles de corrosión. - - - - -

EJEMPLO VII

Este ejemplo demuestra el hecho de que la arcilla capta hierro cuando una pulpa dispersa de arcilla se pulveriza con perdigones de acero y que la arcilla pulverizada no puede blanquearse hasta la brillantez máxima aunque se emplee exceso de blanqueador con el material de arcilla pulverizado con perdigones. - - - - -

Se realizó un procedimiento continuo de fabricación a escala industrial de pulverizado por perdigones de acero, en un cilindro de 10' x 20' (aproximadamente, 3 x 6 m) hecho de acero con bajo contenido de carbono. El cilindro horizontal se cargó con 25 toneladas (aproximadamente, 22,7 Tm)

339431



de perdigón de acero fundido (malla 10/35, Tyler). Se cargó el molino con un limo de 35% de sólidos de arcilla NoKarb que contenía aproximadamente 6-1/2 toneladas (aproximadamente, 5,9 Tm) de arcilla. - - - - -

5. El molino se hizo girar continuamente a 8-1/2 r.p.m. (35% de la velocidad crítica) con la pulpa de sólidos al 35% cargada a un régimen de alimentación total de 2,26 toneladas (aproximadamente, 2,0 Tm) de sólidos de arcilla por hora. El tiempo de retención de la arcilla en el molino se calculó que era de unas 3 horas. Los perdigones se retuvieron en el molino durante todo el proceso. - - - - -

10. La arcilla pulverizada se fraccionó para quitar el 65% en peso de las partículas de más de 2 micras (e.d.e.). - - -

15. Siguen las distribuciones de tamaño de partícula de la arcilla pulverizada y una arcilla NoKarb típica, ilustrando la eficacia del proceso en la reducción del tamaño de la arcilla. - - - - -

DISTRIBUCION DEL TAMAÑO DE PARTICULA DE PRODUCTOS DE ARCILLA

<u>Porcentaje en peso más finos que</u>	<u>Arcilla NoKarb micras</u>	<u>Arcilla NoKarb fraccionada pulverizada por perdigones, micras</u>
100	25	12
97	20	10
96	18	7
93	13	5
83	9	4



339431

50	5	1,5
40	4	1,1
32	3,5	0,8
23	2,5	0,6

5. El limo de arcilla NoKarb fraccionada pulverizada por perdigones se floculó con ácido sulfúrico hasta un pH de 2,5 y se blanquearon partes de la arcilla floculada con varias cantidades de hidrosulfito de zinc. Se midió la brillantez de los productos de arcilla blanqueada. - - - - -

Se encontró que la brillantez máxima (87,3 %) se obtenía usando hidrosulfito de zinc a 22 lbs/ton (aproximadamente, 11 kg/Tm). - - - - -

10. En una prueba de control, se pulverizó un limo de arcilla NoKarb en un molino horizontal con chorro de arena de malla 10/35 en vez de los perdigones de acero. Las condiciones de pulverización eran similares a las empleadas con los perdigones de acero. No obstante, para dar margen a la eficacia mucho mayor de los perdigones como medio pulverizador, el tiempo de pulverización se aumentó al pulverizar con arena. El producto pulverizado con arena se fraccionó hasta obtener una fracción de tamaño fino similar en tamaño al producto pulverizado con perdigones. La arcilla pulverizada con arena se blanqueó con distintas cantidades de hidrosulfito de zinc. - - - - -

15.

20.

Una comparación entre los resultados de la pulverización por perdigones y por arena demostró que, por más



339431

que se había usado no más que la mitad del blanqueador al pulverizar con arena, el producto era más brillante que la arcilla pulverizada con perdigones. - - - - -

EJEMPLO VIII

5. Este ejemplo demuestra de qué modo puede reducirse la absorción de hierro y puede restablecerse la respuesta normal al reactivo blanqueador cuando la arcilla se pulveriza con perdigones de acero con un pH alto según esta invención. - - - - -

10. A. Se preparó una carga de caolín NoKarb en un limo de 25% de sólidos agitando la arcilla en agua que contenía pirofosfato tetrasódico en una cantidad de 1 libra por tonelada de arcilla (aproximadamente, 0,5 kg/Tm) y ceniza de sosa en una cantidad de 12 libras por tonelada de arcilla (aproximadamente, 6 kg/Tm). El pH del limo de arcilla era de 10,4. La muestra de NoKarb analizada dió 0,22% de Fe (basado en peso en seco) antes de pulverizar. - - - - -

20. Se cargó la tinaja de un galón (aproximadamente, 3,80 l) con 6590 gramos de perdigones de acero tal como salen de fundición. Una parte del limo que contenía 12 libras de ceniza de sosa por tonelada (aproximadamente, 6 kg/Tm), se añadió a la tinaja en una cantidad de 1000 gramos (que contenía 250 gramos de arcilla). Se hizo girar la tinaja a 100 r.p.m. durante 30 minutos. Luego se decantó inmediatamente el limo, quitando todo el limo que era prácticamente posible, a fin de reducir al mínimo la exposición del limo al aire. El medio pul

25.



5. verizador se retuvo en la tinaja. Inmediatamente se añadió al molino una segunda carga de 1000 gramos de limo tratado por ceniza de sosa, y se hizo girar nuevamente la tinaja durante 30 minutos. Se repitió el procedimiento por un total de once ciclos. - - - - -

10. El limo pulverizado en cada ciclo se secó en un plato de pyrex y en cada producto seco se analizó el porcentaje de Fe (total, incluido el Fe original de la arcilla NoKarb). Se preparó un compuesto del limo pulverizado desde los ciclos 2 a 11. Este limo se floculó con adición de ácido sulfúrico hasta un pH de 2,5, filtrando y blanqueando con hidrosulfito de zinc. Esto se efectuó para determinar la posibilidad de blanqueo de la arcilla pulverizada. - - - - -

15. Usando ceniza de sosa en proporción de 12 libras por tonelada (aproximadamente, 6 kg/Tm) en el circuito de pulverización, el contenido de Fe de los productos pulverizados en cada ciclo era aproximadamente del 0,22 %, indicando que no se había dado una absorción sustancial de hierro durante ningún ciclo. - - - - -

20. La brillantez blanqueada de la arcilla pulverizada no fraccionada era del 86,5 % usando hidrosulfito de zinc a 11 libras por tonelada (aproximadamente, 5,5 kg/Tm) como agente de blanqueo. Esta brillantez era casi 1% más elevada que la brillantez de blanqueado de la NoKarb después de haber sido pulverizada a un tamaño similar en el mismo molino con arena limpia y blanqueada con una cantidad similar de reactivo de blanqueo. - - - - -

25.

339431



B. Se repitió la pulverización con perdigones de acero reduciendo la cantidad de ceniza de sosa a 4 libras por tonelada (aproximadamente, 2 kg/Tm). El pH del limo era 9,7. Los productos pulverizados de cada ciclo dieron un análisis de entre 0,30 y 0,38% de Fe. Como la arcilla contenía originalmente sólo 0,22 % de Fe, ello indica que en cada ciclo había absorción sustancial de hierro. También se encontró que el material pulverizado compuesto no podía blanquearse hasta un valor comparable con el obtenido con la arena. Una comparación de los resultados de la parte B con la parte A de este ejemplo demuestra que debe añadirse cáustico suficiente para obtener la deseada pasivación del medio pulverizador. - - - - -

EJEMPLO IX

A. El procedimiento del Ejemplo VIII se repitió con una carga de 250 gramos de limo de NoKarb con 25% de sólidos dispersado con pirofosfato tetrasódico a 1 libra por tonelada (aproximadamente, 0,5 kg/Tm) e hidróxido sódico a 4 libras por tonelada (aproximadamente, 2 kg/Tm). El pH del limo de arcilla era 11,5. Después de once ciclos de pulverización de la carga, cada ciclo de 30 minutos de duración, la absorción de hierro por la arcilla era inferior al 0,01% basado en el peso de la arcilla. La brillantez no blanqueada del compuesto no fraccionado era 80,7%. La brillantez blanqueada era 85,2% con hidrosulfito de zinc a 4 libras por tonelada (aproximadamente, 2 kg/Tm) y del 85,7% con el blanqueador a 8 libras por tonelada (aproximadamente, 4 kg/Tm). - -



339431

5. B. En una modificación de la parte A de este ejemplo, la NoKarb se dispersó en agua al 50% de sólidos con pirofosfato tetrasódico a 1 libra por tonelada (aproximadamente, 0,5 kg/Tm) e hidróxido sódico a 2 libras por tonelada (aproximadamente, 1 kg/Tm). El pH del limo de arcilla era de 11,5. Quinientos gramos del limo se pulverizaron con una carga de 250 libras (aproximadamente, 113 kg) de perdigones de acero en operaciones intermitentes, es decir carga por carga. Se pulverizó un total de once cargas, siendo cada pulverización de 30 minutos de duración. La absorción total del hierro fué interior al 0,01%, indicando que el hierro permaneció sustancialmente pasivado durante todos los ciclos. --

15. Los valores de peso específico mencionados aquí se refieren a los valores obtenidos asignando a la densidad del agua a 4°C y a presión atmosférica normal el valor de la unidad. - - - - -

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - -

20. R E I V I N D I C A C I O N E S

25. 1.- Método para reducir el tamaño de micropartículas, del tipo que comprende: llenar parcialmente un tambor cilíndrico, exento de deflectores y de agitadores, que tiene una superficie interior lisa, con una suspensión de fluido que comprende dichas micropartículas, líquido, y un medio pulverizador en partículas que se compone en gran par-

339431



- te de partículas lo bastante finas para pasar a través de un tamiz de malla 4 y lo bastante gruesas para ser retenidas por un tamiz de malla 35, siendo empleado dicho líquido en cantidad suficiente para formar un limo fluido con dichas micropartículas y estando presente dicho medio pulverizador en partículas en una cantidad tal que las partículas del mismo están distribuidas a través de una cantidad sustancial del volumen total de dicha suspensión fluida, y hacer girar continuamente dicho tambor alrededor de su eje horizontal a una velocidad inferior a la crítica y tal que dicha suspensión en el interior del tambor esté en forma de un solo cuerpo que ocupa sustancialmente sólo la parte inferior del tambor, moviéndose cada una de las partículas del medio pulverizador dentro de la suspensión en unas trayectorias continuas, elípticas en general, dentro de la suspensión, caracterizado por proveer la utilización de un medio pulverizador compuesto de partículas sustancialmente redondas que tienen una densidad apreciablemente mayor que la densidad de dichas partículas micrométricas. - - - - -
- 5.
- 10.
- 15.
20. 2.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio pulverizador tiene una densidad por lo menos doble de la densidad del material micronizado que debe pulverizarse. - - - - -
25. 3.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio pulverizador es acero. - - - - -
- 4.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio pulverizador son bolas de acero de 1/32" (aproximadamente, 0,8 mm). - - - - -

339431



5.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio pulverizador son perdigones de acero de malla entre 10 y 35. - - - - -

5.

6.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque el material micronizado que debe pulverizarse tiene un peso específico dentro de los límites de aproximadamente 2 a aproximadamente 3 y el medio pulverizador tiene un peso específico dentro de los límites de aproximadamente 6 a aproximadamente 8. - - - - -

10.

7.- Método según la reivindicación 6, caracterizado porque las micropartículas comprenden arcilla caolín tal como se da en la naturaleza y dicho acero es en forma de perdigones de malla entre 10 y 35. - - - - -

15.

8.- Método según la reivindicación 1, caracterizado porque dichas partículas son de pigmento mineral, blancas o pastel, el medio pulverizador son partículas de acero redondas de malla entre 4 y 35 y el limo de pigmento contiene por lo menos un dispersante de arcilla del grupo elegido de entre silicato metálico alcalino, fosfato condensado metálico alcalino y carbonato metálico alcalino, y un álcali suficiente para formar un limo de pigmento dispersado que tenga un pH de por lo menos 10. - - - - -

20.

9.- Método según la reivindicación 8, caracterizado porque dicho pigmento es arcilla caolín no calcinada. - - - - -

25.

10.- Método según la reivindicación 8, caracterizado porque dicho pigmento es arcilla caolín calcinada. - - - - -

339431



11.- Método según la reivindicación 8, caracterizado porque dichas partículas de acero comprenden perdigones de malla entre 10 y 35. - - - - -

5. 12.- Método según la reivindicación 11, caracterizado porque dichos perdigones de acero que se se separan de dicho limo vuelven a usarse en aquél una pluralidad de veces. - - - - -

13.- Método según la reivindicación 8, caracterizado porque dicho acero es perdigón fundido no revenido. -

10. 14.- Método según la reivindicación 8, caracterizado porque el pH de dicho limo está entre los límites de 10 a 12. - - - - -

15. 15.- Método según la reivindicación 8, caracterizado porque dicho pigmento se separa de dichas partículas de acero y se blanquea por medios químicos. - - - - -

16.- "METODO PARA REDUCIR EL TAMAÑO DE MICROPARTICULAS". - - - - -

20. Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de treinta y cuatro hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, - 6 ABR. 1967
P. A. M. CURELL SUÑOL

Carbonell

Por Poder
Firmado: J. Carbonell