

PATENTE DE INVENCION

Le A 14 923-Sp.



429482

Int. Cl. C04B

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR EL TAMAÑO DE UN MATERIAL SOLIDO
AGLOMERADO Y/O AGREGADO.

=====

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

=====

Esta invención se relaciona con un procedimiento
para la producción de colorantes y pigmentos cerámicos, fi-
namente divididos, en especial con la producción de colo-
rantes y pigmentos del tipo que, en el curso de un proceso
5 de calcinación, se acumulan inicialmente en forma aglomera-



da o agregada. Los siguientes sistemas conocidos constituyen ejemplos de pigmentos y colorantes cerámicos de este tipo:

Sistema	Estructura cristalina	Gama de temperatura normal de formación	Color
(Ti, Sb, Ni)O ₂	rutilo	900-1200°C	Amarillo
5 (Ti, Sb, Cr)O ₂	rutilo	900-1200°C	Amarillo a color ocre
(Cu, Co Ni) (Cr, Fe, Mn) ₂ O ₄	espinela	1000-1300°C	negro
Zn(Cr, Fe, Al) ₂ O ₄	espinela	1000-1300°C	marrón
(Co, Ni, Zn) (Cr, Al) ₂ O ₄	espinela	1000-1300°C	azul
(Co, Ni, Zn) ₂ TiO ₄	espinela	1000-1300°C	verde
10 Cr ₂ O ₃	corundo	800-1000°C	verde
(Cr, Fe) ₂ O ₃	corundo	900-1200°C	marrón a negro
(Zr, V)SiO ₄	zirconio	850-1050°C	azul
Zr(Si, Pr)O ₄	zirconio	850-1050°C	amarillo
(Cd, Zn) (S, Se)	wurtzita	500-700°C	amarillo a rojo

15 Otros ejemplos de estos sistemas incluyen la producción de silicato de sodio-zirconio finamente dividido, silicatos o cromatos de metales pesados, finamente divididos, tales como, por ejemplo, CoSi₂O₅ ó Na₂CrO₄, u óxido de níquel finamente dividido.

20 Los productos obtenibles mediante los procesos de calcinación conocidos H. Kittel, Pigmente, Herstellung, Eigenschaften, Anwendung, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH Stuttgart, 139 (1960); Ullmans Enzyklopädie der technischen Chemie, 13, 766 (1962), pueden solo utilizarse ocasionalmente

25 en una forma en la cual se acumulan. Solo es posible en casos excepcionales, incluso con molturación en seco después de la calcinación, obtener colorantes y pigmentos cerámicos finamente



5 divididos de un modo adecuado. Por consiguiente, incluso en los métodos de producción convencionales, los productos son, después de la calcinación, molturados en húmedo, lavados y secados. La razón de ésto consiste en que, en cada ciclo de calcinación, los productos cristalinos no se obtienen en forma de monocristales separados sino en forma de aglomerados y/o agregados en los cuales las partículas individuales están unidas más o menos firmemente entre sí. Los pigmentos del tipo particular empleados para la coloración de lacas y plásticos, han de ser sometidos a un proceso de reducción de tamaño debido a que tanto la dispersabilidad como las propiedades colorantes de los productos mejoran al incrementar la desaglomeración, de modo que se pueden utilizar de una forma más eficaz para las aplicaciones antes mencionadas.

10
15 Los productos molidos mediante técnicas de molturación en húmedo convencionales, por ejemplo en molinos de bolas, molinos de discos o molinos vibratorios, no son en general suficientemente desagregados o desaglomerados y, por esta razón, no muestran sus propiedades óptimas requeridas para importantes campos de aplicación.

20
25 La presente invención se relaciona con un procedimiento para el procesado de sólidos aglomerados y/o agregados, más especialmente sólidos calcinados, tales como colorantes y pigmentos cerámicos, mediante molturación en húmedo intensiva, lavado y, opcionalmente, secado, que se caracteriza por el hecho de que:

30 a) los sólidos con un tamaño de partícula inferior a 0,1 mm, son convertidos en una suspensión acuosa con un contenido en sólidos de 40 a 60 % en peso y un pH de 7 ó más, y la suspensión así formada se deja fluir a través de un cuerpo hueco que



es simétrico alrededor de un eje central y que tiene elementos de molturación que giran alrededor del eje del cuerpo hueco;

b) la suspensión acuosa intensamente molturada, que abandona el cuerpo hueco, se ajusta, por dilución, a un contenido en sólidos de 10 a 30 % en peso y un pH de 2 a 6,5, separándose a continuación por lo menos un 20 % de la fase acuosa.

Se ha encontrado que un producto molido mediante las técnicas convencionales de molturación en húmedo, o un producto que posee ya un tamaño de grano inferior a 0,1 mm, puede ser desagregado o desaglomerado adicionalmente y de un modo casi completo, si se pasa en forma de una suspensión acuosa, ajustada a un pH de por lo menos 7, preferiblemente del orden de 10 a 12, a través de un aparato en forma de un cuerpo hueco simétrico alrededor de un eje central, con elementos de molturación que tienen tamaños de partícula de 0,5 a 2 mm, que giran alrededor del eje del cuerpo hueco a una velocidad superior a 5 m/segundo, preferiblemente a 10-15 m/segundo.

El aparato comprende una o más entradas a través de las cuales se puede introducir la suspensión acuosa y por lo menos una salida para la suspensión intensamente molturada. La entrada y la salida están situadas ventajosamente en puntos separados opuestamente con respecto al cuerpo hueco rotacionalmente simétrico. El tiempo medio de residencia de la suspensión en el aparato de molturación, se puede regular fácilmente por medio de la velocidad de flujo, siendo preferiblemente de 15 a 20 minutos. Los elementos de molturación se pueden hacer girar, ajustándose a ciertas velocidades, por medio de un árbol que está equipado con un motor adecuado, dispuesto en una línea axial del cuerpo hueco rotacionalmente simétrico y que contiene superficies tipo tabique. Con preferencia, el árbol está dis-



5 puesto en la línea axial a lo largo de la dirección de flujo
de la suspensión a través del cuerpo hueco. El cuerpo hueco
rotacionalmente simétrico tiene preferiblemente la forma de un
cono, semiesfera o cilindro. En particular es ventajoso que
10 tenga la forma de un cilindro, en cuyo caso el árbol equipado
con la superficie tipo tabique está dispuesto en el eje del ci-
lindro. La entrada de la suspensión de sólidos está situada pre-
feriblemente en una superficie plana de contorno del cilindro,
mientras que la salida de la suspensión intensamente molida se
15 encuentra en un punto de la pared del cilindro situado tan le-
jos como sea posible de la entrada. La entrada y salida pueden
tener la forma de, por ejemplo, ranuras o tamices que, aunque
permiten que la suspensión de sólidos sea introducida y sepa-
rada del aparato de molturación, retienen a los elementos de
20 molturación. Los elementos de molturación se pueden emplear en
una cantidad de 40 a 60 kg, preferiblemente 50 a 52 kg, basado
en la unidad de volumen en litros del aparato de molturación.

20 Los elementos de molturación pueden consistir en las
sustancias inorgánicas, sintéticas, inertes, insolubles en
agua, resistentes a la abrasión, conocidas, o en minerales con
un tamaño de partícula de 0,5 a 2 mm. Las sustancias de este
tipo son, por ejemplo, arenas de cuarzo y arenas de zirconio
baratas. Con preferencia se emplean arenas de cuarzo.

25 Sorprendentemente, es posible reducir el tamaño, in-
cluso en partículas sólidas relativamente duras, con elementos
de molturación relativamente blandos. En el caso de suspensio-
nes acuosas con un pH relativamente bajo, el pH de por lo menos
7, requerido para una molturación intensiva, puede ajustarse
30 fácilmente añadiendo sustancias básicas tales como, por ejem-
plo, hidróxido sódico, hidróxido potásico y sosa.



5 El efecto de molturación intensivo obtenido por el proceso según la invención, se refleja en el hecho de que una suspensión del producto, molido de este modo, no sedimenta, incluso durante un periodo de varios días, y no taponan los gé-
neros del filtro empleados en las técnicas de filtración con-
vencionales (filtros de succión, prensas de filtro, filtros rotativos y filtros a presión).

10 El proceso de molturación intensiva se puede conectar fácilmente a la producción de colorantes o pigmentos cerámicos del tipo que se acumulan durante un proceso de calcinación. Si se sueltan los productos calcinados acumulados y si, después de enfriar en agua, los mismos tienen ya tamaños de
15 partícula inferiores a 0,1 mm, dichos productos se pueden someter directamente a la molturación intensiva. Si las partículas suspendidas del producto calcinado tienen unos tamaños de partícula relativamente grandes, se puede introducir un tamiz de 0,1 mm y/o un molino de bolas, de discos o vibratorio, convencional, en el flujo continuo de la suspensión antes de entrar en los recipientes de molturación intensiva.

20 Para la mayoría de los productos es suficiente un solo paso a través de un recipiente de molturación intensiva. Solamente con los productos que se producen a temperaturas muy elevadas y que están constituidos de varios componentes, por ejemplo, algunos de los pigmentos de espinela y rutilo antes
25 indicados, será necesario la repetición de los pasos para obtener una desagregación o desaglomeración sustancialmente completa.

30 Según la invención, la etapa de molturación intensiva viene seguida por un proceso de lavado especial para la suspensión molida. Como ya se ha mencionado, son inadecuadas las



técnicas de lavado convencionales. Sin embargo, los productos han de ser liberados de las sales solubles que están presentes en la suspensión, debido a que estas sales solubles pueden causar la reaglomeración de las partículas durante el ulterior secado, neutralizando con ello el efecto de molturación intensiva, pudiendo dar lugar a perturbaciones a la hora de utilizar los productos finales.

El nuevo método de lavado está basado en el hecho de que, en la suspensión de sólidos intensamente molida diluída a un contenido en sólidos de 10 a 30 % en peso, preferiblemente 20 a 30 % en peso, y ajustada a un pH del orden de 2 a 6,5, las partículas suspendidas pueden ser floculadas para permitir la separación de por lo menos 20 %, preferiblemente 40 a 60 %, del filtrado, por medio de centrifugas o a través de filtros de tela. El pH óptimo para la floculación máxima coincide sustancialmente con el punto isoelectrico de la suspensión de sólidos intensamente molida, particular, y se puede predeterminar, para cada producto intensamente molido, especial, o se puede ajustar cambiando de forma establecida el pH en la gama de 2 a 3,5.

El método de lavado según la invención para la suspensión de sólidos finamente dividida, se puede repetir opcionalmente varias veces con el fin de obtener una eliminación practicamente completa de las sales que promueven la aglomeración.

La gama ácida de pH se ajusta añadiendo ácidos, tales como por ejemplo H_2SO_4 , convenientemente añadiendo un ácido que se volatilice durante el posterior secado, por ejemplo ácido fórmico o ácido acético. En aquellos casos en donde el filtrado se separa por medio de una centrifuga, se aplica una



aceleración de como mínimo 1000 g, preferiblemente de 1500 a 3500 g (g = aceleración gravitacional).

5 El agua de lavado (agua y ácido fórmico) puede ser suministrado a las centrifugas en contracorriente, es decir, en el caso de que las centrifugas estén dispuestas una a continuación de la otra, el producto ya lavado entra en contacto primero con el agua de lavado recién alimentada.

10 En aquellos casos en donde el filtrado se separa a través de filtros de tela, la suspensión se pasa a través de un juego de por lo menos dos, preferiblemente cuatro, filtros de tela, a una velocidad de flujo de por lo menos 2 m/segundo, preferiblemente de 3 a 5 m/segundo, a una temperatura de al menos 40°C y bajo una presión en exceso de como mínimo 0,5 atmósferas, preferiblemente bajo una presión en exceso de 1 a 2 atmósferas.

15 La suspensión molida y lavada se puede emplear directamente para varias aplicaciones, opcionalmente después de la adición de aditivos adecuados, por ejemplo, colorantes de dispersión, colorantes de cobertura para cuero y plastisoles de PVC.

20 Ejemplos de aditivos adecuados incluyen agentes humectantes y/o cargas. Ejemplos de agentes humectantes apropiados incluyen los polimetafosfatos y acrilatos de poliamonio de un peso molecular medio hasta elevado. Ejemplos de cargas adecuadas incluyen sulfato de bario, carbonato de calcio o mica.

25 Los agentes humectantes se pueden emplear en una cantidad de 0,1 a 1 % en peso, basado en los sólidos.

30 La suspensión molida y lavada se puede secar por métodos convencionales, por ejemplo en secadores de entrepaños, secadores de cinta, secadores de discos o secadores por asper-



sión. Sin embargo, un proceso de secado del tipo descrito a continuación con referencia a la figura 1, ha resultado ser de unas características ventajosas significativamente superiores en combinación con el proceso de lavado según la invención.

5 Este sistema proporciona una continuidad en el proceso, en su totalidad, y garantiza un secado prácticamente completo. Para el secado, la suspensión intensamente molida y lavada, que tiene un contenido en sólidos del 35 al 45 % en peso, se suministra continuamente en (1) al interior de una tubería vertical (2) cuya pared (3) está calentada, preferiblemente con vapor de agua (por ejemplo a 150°C). En el interior de este tubo existe un árbol rotativo (5) (velocidad rotacional (300 a 1000 rpm) equipado con placas tipo tabique (4). Los vapores ascienden al extremo superior (6) de la tubería, mientras que en el extremo inferior de la tubería (7) el producto seco gotea en una tubería horizontal (8) cuya pared puede estar calentada a 450°C, por ejemplo mediante un sistema de calentamiento por resistencia eléctrica (9). En el interior de esta tubería está dispuesto también un árbol (11) que gira alrededor de su propio eje (velocidad rotacional: 100 a 500 rpm) y equipado con placas tipo tabique (10). El producto es descargado de esta tubería (8) preferiblemente por medio de un alimentador rotativo (12).

10

15

20

Los vapores desprendidos durante el secado se pueden condensar en (13) y volverse a utilizar como agua de lavado junto con la proporción de ácido recuperado, en aquellos casos en donde se emplee un ácido volátil, tal como ácido fórmico, de modo que no se plantean problemas de evacuación o salida. Con fines comparativos, en particular con los secadores de aspersión, no están implicados ningún problema a la hora de sepa-

25

30



rar los productos. La utilización de energía es prácticamente óptima. Los productos se acumulan uniformemente en una forma muy finamente dividida pero, sin embargo, de libre fluencia.

El proceso según la invención se describe por medio de los siguientes ejemplos, con referencia a un pigmento especial obtenido mediante un proceso de calcinación.

EJEMPLO

a) Producción de un pigmento de Al_2O_3 -espinela

Una suspensión preparada en una proporción de 700 kg de óxido de cobalto Co_3O_4 a 1500 kg de hidrato de alúmina $Al(OH)_3$ a 2000 litros de agua H_2O , se suministra, por medio de bombas dosificadoras, a una velocidad de 250 kg/hora, al interior de una tubería cuyo extremo se mueve continuamente hacia atrás y hacia adelante, sobre el ancho de la superficie anular de un horno de anillos rotativos, a una altura de 5 a 10 cm aproximadamente.

El horno de anillo rotativo tiene un diámetro exterior de 8 metros aproximadamente, un anillo rotativo de 0,8 metros aproximadamente de ancho con una loseta cerámica resistente al calor de 5 cm de espesor aproximadamente, una mufla de 0,3 m aproximadamente por encima de la superficie del anillo rotativo que está calentada por diez quemadores de gasaire distribuidos en la longitud del anillo, un extractor de vapores por encima de la entrada y, aproximadamente a 0,5 m de la entrada, según se observa en la dirección de rotación, un rascador automático que consiste en tres losetas cerámicas resistentes al calor suspendidas libremente desde un tubo móvil refrigerado con agua. El anillo rotativo se hace girar a una velocidad de 1 revolución por hora por medio de un dispositivo accionador infinitamente variable. Los quemadores, sis-



tema de extracción, abertura y sistemas de enfriamiento, se regulan de tal modo que la temperatura superficial del anillo rotativo en un punto justo enfrente de la entrada, sea de 1000 a 1100°C aproximadamente, mientras que la temperatura del producto, en 1/3 de la longitud del anillo desde la entrada a la salida del producto, es de 1320°C.

Quando se introduce la suspensión de mezcla de partida, se forma una capa de calcinación de 2 cm aproximadamente de espesor. Esta capa está extremadamente suelta y descansa de forma libre sobre la superficie del anillo rotativo. En la salida, el producto caliente cae continuamente al interior de un recipiente lleno de agua, equipado con agitador, del cual se extraen 100 kg/hora de producto por medio de una bomba de dosificación y en donde el agua separada con esta cantidad de producto es reemplazada continuamente por agua fresca.

b) Molturación intensiva, lavado y secado.

El producto en suspensión, que tiene un contenido en sólidos de 50 % en peso, un pH de 7,5 y contiene partículas de producto inferiores a 100 μ m, se pasa axialmente desde abajo, a través de una abertura de entrada al interior de un recipiente cilíndrico. Este recipiente tiene un diámetro interno de 30 cm y una pared de 90 cm de altura que está sin interrumpir hasta una altura de 60 cm y, por encima de este nivel, comprende numerosas ranuras de unos 3 mm de longitud y 0,5 mm de ancho. En el interior del recipiente, a lo largo de su eje, existe un árbol dotado con superficies tipo tabique que gira a 1200 revoluciones por minuto y mantiene 50 kg de arena de cuarzo con un tamaño de partícula medio de 0,7 mm en la zona periférica exterior de 5 cm aproximadamente de espesor, del recipiente, a una velocidad rotacional de 10 a 20 m/segundo.



Durante la molturación intensiva en esta zona de rotación, la suspensión experimenta un incremento de temperatura a 40-60°C aproximadamente. La suspensión sale a través de las ranuras y es bombeada a través de una tubería refrigerada con agua, en la cual la temperatura desciende hasta por debajo de unos 30°C, al interior de un segundo recipiente de molturación del tipo descrito anteriormente, y a continuación, y de forma repetida, a través de un conducto de refrigeración al interior de un tercer recipiente de molturación y, por último, al interior de un recipiente equipado con agitador con una capacidad de 1 m³ aproximadamente.

En este recipiente equipado con agitador, el pH de la suspensión se ajusta a un valor de 4,5 a 5 por la adición controlada de ácido sulfúrico.

La suspensión que rebosa del recipiente se pasa sucesivamente al interior de cuatro tambores horizontales que tienen un diámetro interno de 36 cm y una longitud de 100 cm y que giran a una velocidad de 3300 revoluciones por minuto y que, de hecho, aplican una aceleración centrífuga de 2140 g a las partículas de producto, permitiendo que el filtrado vaya hacia uno de los extremos a través de un anillo de nivel de 5 cm de ancho y, descargando, en el otro extremo, la suspensión espesada a través de una limitación de un diámetro de 30 cm, por medio de un tornillo sinfin. Una vez que se ha ajustado a un pH de 4 a 4,5, mediante la adición de ácido fórmico, se añade el agua de lavado a la suspensión que sale del tercer tambor de lavado. El filtrado del cuarto tambor de lavado se añade a la suspensión que sale del segundo tambor de lavado, el filtrado del tercer tambor de lavado se añade a la suspensión que sale del primer tambor de lavado y el filtrado del



segundo tambor de lavado se añade a la suspensión que entra en el primer tambor de lavado. El filtrado del primer tambor de lavado, enriquecido con las sales extrañas a lavar, fluye al efluente o al interior de una unidad de tratamiento de los efluentes.

5

La suspensión libre de sales que sale del cuarto tambor de lavado, con un contenido en sólidos de un 40 % en peso, se bombea al interior de una tubería vertical de aproximadamente 4 m de longitud y 0,8 m de espesor, que está calentada a través de una doble camisa con vapor de agua a 5 atmósferas. En el interior de esta tubería existe un árbol que gira a una velocidad de 400 revoluciones por minuto, del cual están suspendidos unos tabiques sueltos por medio de anillos. Los tabiques son de un ancho tal que, durante la rotación, mantienen un huelgo de aproximadamente 3 mm desde la pared interior de la tubería. Los vapores y el ácido fórmico son separados por succión del extremo superior de la tubería a través de un condensador refrigerado con agua. El condensado se añade al agua de lavado. El extremo inferior de la tubería se conifica de forma constante hasta aproximadamente la mitad del diámetro y está conectado de forma fija al extremo de una segunda tubería horizontal. Esta tubería tiene una longitud de 2,5 m y un diámetro interno de 0,4 m. Está eléctricamente calentada, desde el exterior, a una temperatura de 200°C aproximadamente, igualmente, contiene un árbol rotativo equipado con placas tipo tabique. La velocidad rotacional se ajusta a 100 revoluciones por minuto. El producto que está completamente seco, en esta tubería, se descarga por su extremo de salida por medio de un alimentador rotativo.

10

15

20

25

30

Se obtiene de forma continua, automática y de un modo



5 muy económico, mediante este método, un pigmento de espinela azul rojizo con una resistencia de coloración algo superior al 40 % de la que poseen los productos obtenidos por los métodos convencionales. El pigmento se emplea preferiblemente para te-
fir plásticos, lacas, esmaltes, vidrios cerámicos y enlucidos.

N O T A

=====

10 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son sus-
ceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento
15 corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con el nº P 23 42 722.7 de 24 de agosto de 1.973, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Inter-
nacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del
referido invento por lo que se solicita Patente de Invención
por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA REDUCIR EL
TAMAÑO DE UN MATERIAL SOLIDO AGLOMERADO Y/O AGREGADO; caracte-
rízándose por lo siguiente:

- 20 1.- Procedimiento para reducir el tamaño de un mate-
rial sólido aglomerado y/o agregado, que tiene un tamaño de
partícula inferior a 0,1 mm, caracterizado porque comprende:
25 (a) convertir el material sólido en una suspensión acuosa que
tiene un contenido en sólidos del 40 al 60 % en peso y ajustar
el pH de la suspensión a 7 por lo menos;
(b) permitir que la suspensión fluya continuamente a través de
un cuerpo hueco que es simétrico alrededor de un eje central
de rotación y que contiene elementos de molturación que rotan
alrededor de dicho eje, con lo cual se moltura intensivamente
30 la suspensión;



(c) ajustar, por dilución, el contenido en sólidos de la suspensión molturada a 10-30 % en peso y ajustar el pH de la suspensión molturada a un valor de 2 a 6,5;

5

(d) separar por lo menos 20 % de la fase acuosa de la suspensión; y

(e) secar la suspensión.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el material sólido es un material sólido calcinado.

10

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el material sólido calcinado es un colorante o pigmento cerámico.

15

4.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el cuerpo hueco es un cono, un cilindro o una semiesfera.

20

5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los elementos de molturación que giran alrededor del eje central tienen un tamaño de partícula de 0,5 a 2 mm y una velocidad media superior a 5 m/seg.

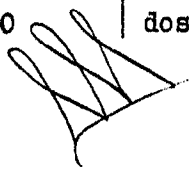
6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la velocidad media de los elementos de molturación es de 10 a 15 m/seg.

25

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la fase acuosa se elimina por filtración o centrifugado.

30

8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la suspensión intensamente molida se pasa a través de un juego de por lo menos dos filtros de tela, a una velocidad de flujo de al menos





2 m/seg, a una temperatura de por lo menos 40°C y bajo una presión en exceso de al menos 0,5 atmósferas.

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la velocidad de flujo es de 3 a 5 m/seg.

5 10.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la temperatura es de 60 a 70°C.

11.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la presión en exceso es de 1 a 2 atmósferas.

10 12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la fase acuosa se separa por medio de una centrífuga con una aceleración de por lo menos 1000 g, en donde g es la aceleración gravitacional.

13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque la aceleración es de 1500 a 3500 g.

15 14.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se emplea ácido fórmico para ajustar una gama ácida de pH en la suspensión molida.

20 15.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la etapa de secado comprende (a) pulverizar la suspensión intensamente molida y lavada al interior de una tubería vertical que tiene una pared calentada y que está dotada internamente con un árbol rotacionable equipado con placas tipo tabique y ajustable en su velocidad rotacional y, en su extremo superior, con un extractor de vapores y (b) permitir que el sólido parcialmente secado fluya a una tubería horizontal conectada al extremo inferior de la tubería vertical, y que aloja igualmente un árbol equipado con placas tipo tabique y que es ajustable en su velocidad
25
30 rotacional, en donde el producto presecado en la tubería verti-



974

cal se termina de secar por el calor aplicado a través de la pared de la tubería horizontal.

16.- Procedimiento para reducir el tamaño de un material sólido aglomerado y/o agregado, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5

Esta Memoria consta de 17 hojas escritas a máquina por una sola cara.

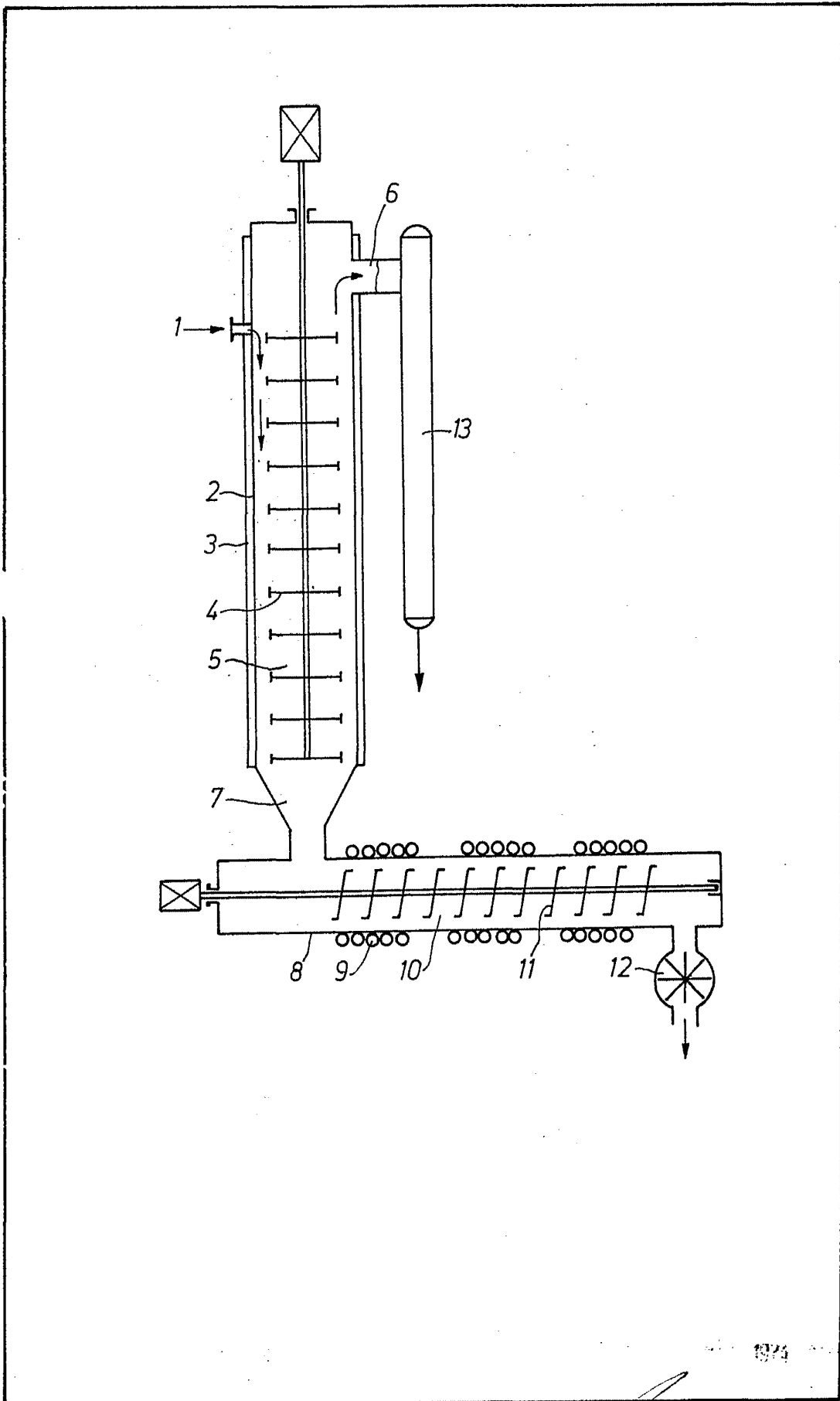
Madrid, - 9 OCT. 1974

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

[Faint, illegible text]

[Handwritten signature]

[Handwritten initials]



[Handwritten signature]