

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



| | | |
|-------|--------------------------|-----------|
| 19 ES | 11 NUMERO | 10 A1 |
| | 21 | |
| | 22 FECHA DE PRESENTACION | |
| | | 10-4-1976 |

P.- 62.797

Docket SK-
360

PATENTE DE INVENCIÓN

| | | |
|-----------------|----------|---------|
| 30 PRIORIDADES: | 32 FECHA | 33 PAIS |
| 31 NUMERO | | |
| 567.138 | 11-4-75 | EE.UU. |

| | | |
|------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 47 FECHA DE PUBLICIDAD | 51 CLASIFICACION INTERNACIONAL | 62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |
| | C09C | |

| |
|---|
| 54 TITULO DE LA INVENCIÓN |
| "UN METODO DE ABRILLANTAR Y PURIFICAR UNA MENA CALCITICA NATURAL" |

| |
|----------------------------------|
| 71 SOLICITANTE (S) |
| ANGLO-AMERICAN CLAYS CORPORATION |

| |
|---|
| DOMICILIO DEL SOLICITANTE |
| Kaolin Road, Sandersville, Georgia 31082, Estados Unidos de América |

| |
|------------------|
| 72 INVENTOR (ES) |
| Alan J. Nott |

| |
|-----------------|
| 73 TITULAR (ES) |
| |

| |
|----------------------------------|
| 74 REPRESENTANTE |
| DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ |

Fundamentos de la invención

Esta invención se refiere en general a pigmentos, y, más específicamente, se refiere a un procedimiento para producir pigmentos de alto brillo por beneficio de carbonato de calcio de origen natural.

Los pigmentos de carbonato de calcio tienen aplicación en una amplia variedad de medios industriales y otros. Estos pigmentos, por ejemplo, se emplean ampliamente como cargas en la fabricación de caucho, papel y varios plásticos, y como pigmentos extendedores en formulaciones de pinturas. Además, estos pigmentos, bien sólo o en combinación con otros pigmentos, se emplean ampliamente para aplicaciones de recubrimiento de papel. En muchas de las aplicaciones antedichas, y particularmente cuando, por ejemplo, los pigmentos se usan para recubrimiento, es deseable que el carbonato de calcio sea tan brillante como sea posible.

Además, en muchas aplicaciones es deseable el empleo de un carbonato de calcio de alta pureza, por razones distintas del brillo considerado aisladamente. Por ejemplo, en la preparación de ciertas composiciones aislantes, se usa carbonato de calcio como extendedor; y si hay presentes impurezas metálicas tales como piritas, las propiedades electrónicas del producto pueden verse perjudicadas.

Durante mucho tiempo se han producido pigmentos de carbonato de calcio de alta pureza y alto brillo por procedimientos químicos, en los que dichos carbonatos se preparan en forma de precipitados. Sin embargo, los procedimientos son relativamente complicados, y no se adaptan bien a operaciones en gran escala o bajo coste. Por esta razón se

1 ha centrado el interés en el posible uso de carbonato de
calcio natural, particularmente porque los minerales calcí-
ticos naturales son extremadamente abundantes virtualmente
en todo el mundo, y por lo tanto representan una fuente
5 disponible de materia prima poco costosa. Se ha encontrado
en la práctica, sin embargo, que muchísimos de los depósi-
tos calcíticos están tan contaminados con sustancias colo-
rantes, que cuando se trituran en su estado natural son
sencillamente inaceptables como pigmentos. Así, en casos
10 típicos hay depósitos que son fundamentalmente de calcita
que pueden estar contaminados con piritas y con mica, mate-
rias ambas que contribuyen en diversos grados a la colora-
ción del carbonato de calcio, relativamente incoloro por lo
demás.

15 En ocasiones han surgido diversas propuestas
de procedimientos para mejorar el brillo de los carbonatos
de calcio naturales antes citados. Muchas de estas propues-
tas de la técnica anterior implican el uso de métodos de
flotación para separar impurezas de menas calcíticas. En la
20 mayor parte de esta técnica anterior, el interés se ha cen-
trado en la separación de las impurezas silíceas, para me-
jorar las composiciones que quedaban con vistas a su uso
en la fabricación de cemento.

25 También en algunos casos se recomienda la
flotación para mejorar las características de brillo del
carbonato de calcio natural. Así, en la patente de los EE.
UU. n.º 3.512.722, un carbonato de calcio natural molido en
húmedo se somete a una operación de flotación, tras la cual
el producto tratado se clasifica y se trata después.

30 En algunos otros casos, por ejemplo en la Pa

1 tente de los EE.UU. nº 2.287.440, se ha considerado que po-
drían usarse técnicas de separación magnética para benefi-
ciar menas calcíticas naturales, con el fin de aumentar su
brillo. En el caso de la patente citada, la mena se muele
5 y se tritura, y después se calienta en forma de polvo seco
para aumentar la susceptibilidad magnética. El polvo seco
se somete después a una separación magnética, tras la cual
el producto purificado se muele en húmedo para producir el
pigmento mejorado.

10 Los procedimientos de la técnica anterior
discutidos no han sido, ni mucho menos, particularmente
efectivos para producir pigmentos de carbonato de calcio de
alto brillo a partir de fuentes naturales. Realmente, en la
mayoría de los casos en que los pigmentos se derivan de es-
15 tas fuentes naturales a escala comercial, se emplea una me-
na que, para empezar, es de muy alta pureza y está exenta
de contaminantes colorantes. A este respecto puede hacerse
referencia, por ejemplo, a las Patentes de los EE.UU.
3.661.610 y 3.674.529, en las que se cita el uso de pigmen-
20 tos de carbonato de calcio derivados de un carbonato cálcico
bruto natural de alta pureza. El carbonato cálcico natu-
ral se somete a un proceso de trituración en dos etapas, no
siendo necesario en estos casos someter el producto a opera-
ciones de purificación.

25 Según lo antedicho, puede considerarse como
un objeto de la presente invención proporcionar un procedi-
miento que permite la producción de pigmentos de carbonato
de calcio brillantes de alta calidad, a partir de menas cal-
cíticas naturales que contienen niveles relativamente altos
30 de contaminantes colorantes..

1 Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento que permite un notable aumento del brillo, incluso para depósitos calcíticos naturales que inicialmente están relativamente exentos de coloración.

5 Resumen de la invención

Según la presente invención, los objetos anteriores y otros que se pondrán de manifiesto en el curso de la Memoria descriptiva siguiente, se consiguen por un método según el cual las menas calcíticas naturales, tal como
10 un mármol de alto contenido de calcio o dolomítico u otras menas, se trituran inicialmente, y después se transforman en una suspensión acuosa. La suspensión se somete después a una molienda gruesa para obtener un producto en el que preferiblemente no más del 1% del material en partículas es de
15 un tamaño correspondiente a una abertura de malla de \pm 44 micras. Esta molienda gruesa inicial puede efectuarse, por ejemplo, usando un molino de bolas. El producto se somete después a otra operación de molienda en húmedo, cuyo objeto es alterar las partículas de tal modo que el menos el 70%
20 (y preferiblemente al menos el 90%) de las partículas resultantes son menores de 2 micras. Esta operación de molienda fina se efectúa preferiblemente por molienda con arena.

Como consecuencia de las operaciones antedichas, y especialmente la operación de molienda fina, se
25 desprenden cantidades importantes de los contaminantes colorantes, tales como piritas, mica, etc, y como consecuencia están en un estado que permite su separación en subsiguientes operaciones de separación. Las operaciones de separación pueden hacerse en forma de un proceso de flotación con espuma,
30 y/o sometimiento de la suspensión molida hasta tamaño

1 fino a un campo magnético de alta intensidad. Dicha opera-
ción de separación magnética es particularmente eficaz pa-
ra uso en la presente invención, y desde luego es preferi-
ble emplear esta separación magnética, bien como única ope-
5 ración de separación, o en conjunción con la flotación con
espuma antes citada.

Después de las operaciones de separación,
la suspensión purificada puede deshidratarse para producir
un polvo seco si el pigmento se desea en esta forma; o, al-
10 ternativamente, la suspensión puede conservarse en forma
acuosa si tiene que emplearse de este modo para fines de re-
cubrimiento u otros.

Descripción de la realización preferida

Para demostrar la eficacia del procedimien-
15 to de la presente invención se describirán ahora una serie
de Ejemplos ilustrativos de la misma. En los Ejemplos I a
IV, y en el Ejemplo VI se emplearon muestras de depósitos
de calcita de Georgia, que eran de alto contenido de cal-
cio, y que contenían como impurezas (entre otros elementos)
20 cuarzo fino, arena, mica y cantidades de piritas finas. En
el Ejemplo V se ilustra el valor de la invención para uso
en purificar adicionalmente un mármol triturado, que ya es-
tá exento relativamente de colorantes.

Ejemplo I

25 Una muestra de calcita de Georgia natural,
según el párrafo anterior, se sometió a una trituración pre-
liminar por medio de una prensa, y después se trituró por
medio de una trituradora de conos. En este momento, el pro-
ducto comprendía aproximadamente un 55% de un tamaño corres-
30 pondiente a una abertura de malla de -250 micras, y sustan-

1 cialmente 0% de +2000 micras. La muestra se transformó des-
pués en una suspensión acuosa y se sometió a molienda por
bolas a 60% de sólidos con 0,45% en peso de Dispex (basado
en peso de Dispex en seco) hasta que el producto no tenía
5 más de 1% retenido sobre un tamiz de una abertura de malla
de 44 micras de abertura. ("Dispex" es una marca de fábrica
de Allied Colloids, Gran Bretaña, para unas sales polimeta-
crílicas). En este punto, el 17% del material en partículas
tenía un ESD (Diámetro esférico equivalente) menor de 2 mi-
10 cras. El brillo de este producto, determinado en la escala
G.E. normalizada era 89,8. En esta Memoria descriptiva ha
de entenderse, en todos los casos, que los valores de bri-
llo se obtienen según la especificación normalizada estable-
cida por el procedimiento TAPPI T-646m-54.

15

Ejemplo II

El producto molido en molino de bolas del
Ejemplo I se sometió después a un tratamiento de flotación,
empleando como colector etilxantato de potasio (Dow Z-3) a
una concentración de 1 gramo/1000 gramos de CaCO_3 . El pH
20 durante el tratamiento de flotación era aproximadamente 9,0;
el contenido de sólidos, 20%; y no se empleó espumante. El
producto así purificado tenía un brillo G.E. de 93,8.

Ejemplo III

Una parte del producto molido en molino de bo-
25 las del Ejemplo I (es decir, sin tratamiento de flotación)
se sometió a una nueva operación de molturación fina por
trituration en húmedo del producto previamente molido a ta-
maño grueso, con arena de Ottawa. Esta molturación fina se
efectuó a 70% de sólidos, y durante un tiempo suficiente pa-
30 ra reducir el material en partículas de modo que el 90% de

1 las mismas tenía un diámetro esférico equivalente (ESD) me-
nor de 2 micras. Se encontró después que este producto moli-
do en molino de bolas y molido con arena tenía un brillo
G.E. de 92,5.

5

Ejemplo IV

El producto molido por medio de bolas y con
arena del Ejemplo III se sometió también a un tratamiento
de flotación, como se ha descrito previamente. Como conse-
cuencia, el producto resultante tenía un brillo G.E. de
10 94,7. Es evidente, por lo tanto, que la operación de molien-
da fina había desprendido una cantidad considerable de con-
taminantes, superior a la desprendida por la molienda con
bolas sólo, contaminantes adicionales que después pudieron
responder al tratamiento de flotación.

15

Ejemplo V

Para demostrar la eficacia de la separación
magnética de alta intensidad según la presente invención,
una muestra de un mármol italiano molido producido por En-
glish Clays Ltd con la marca de fábrica Carbital, se some-
20 tió a una operación de separación magnética. El Carbital an-
tes citado es, en comparación con las menas calcíticas más
contaminadas de los Ejemplos anteriores, de pureza relativa-
mente alta. El producto Carbital se obtiene sometiendo a
trituration el mármol italiano natural, y después a un pro-
25 ceso preliminar de trituración en suspensión acuosa en un
molino de guijarros (hasta 1% de tamaño correspondiente a
una abertura de malla de -44 micras). El producto resultan-
te se muele después en suspensión acuosa con arena hasta
que al menos el 90% en peso es menor de 2 micras de ESD. La
30 muestra de este producto así empleada tenía un brillo ini-

1 cial G.E. de 94,2. Dicho producto se sometió después a una
separación magnética transformándolo en una suspensión acuo-
sa de aproximadamente 30% de sólidos, y sometiendo la suspen-
sión a un campo magnético de alta intensidad haciéndola pa-
5 sar a través de una matriz de lana de acero mantenida en un
campo magnético de una intensidad media de aproximadamente
15 kilogauss. El tiempo de mantenimiento en el campo fue
aproximadamente 1,2 minutos. El producto resultante tenía
un brillo G.E. de 98,5. Este Ejemplo demuestra que incluso
10 un mármol natural relativamente no contaminado puede mejo-
rarse muy sustancialmente en cuanto a brillo por medio de
las técnicas de la invención.

Ejemplo VI

Para los fines de este Ejemplo, 1260 gramos
15 de la muestra de calcita de Georgia empleada en el Ejemplo
I se mezclaron con aproximadamente 4200 gramos del Carbital
antes citado, y la mezcla resultante se sometió a flotación
a 70% de sólidos. Se determinó el brillo G.E. del material
de alimentación, es decir antes de la flotación, con un re-
20 sultado de 93,2, y el brillo del producto después de la flo-
tación era de 94,0 en la escala G.E.

Ejemplo VII

El producto sometido a flotación del Ejemplo
VI se hizo pasar a través del equipo de separación magnéti-
25 ca empleado en el Ejemplo VI, en las mismas condiciones de
intensidad del campo, y con el mismo tiempo de permanencia
citado en dicho Ejemplo. Se determinó que el brillo, des-
pués de este paso inicial, era 94,8. El producto se diluyó
después al 30% de sólidos y se sometió a un segundo paso a
30 través del separador, en condiciones idénticas. El brillo

1 en la escala G.E. se aumentó así a 98,5.

La operación de separación magnética de la presente invención se efectúa preferiblemente haciendo pasar la suspensión acuosa a través de una matriz ferromagnética permeable a la suspensión, aplicando al mismo tiempo a la matriz un campo magnético de alta intensidad. Dicho campo puede generarse por medio de electroimanes o por medio de otras fuentes de campos, que, en un aparato típico empleado para estos fines, rodean, al menos parcialmente, a un bote no magnético en el que está contenida la matriz. El material de la matriz, como es sabido en la técnica, comprende preferiblemente una lana de acero inoxidable compacta, aunque para este fin pueden emplearse eficazmente otros materiales en filamentos o hebras, así como matrices de bolas o tachuelas de acero o de otros materiales ferromagnéticos permeables a la suspensión. Puede estudiarse un aparato de este tipo general, por ejemplo, en la Patente de los EE. UU. nº 3.627.678, de Marston, aunque ha de entenderse que la invención no se limita en modo alguno al uso de tipos específicos de dispositivos separadores magnéticos.

La intensidad media de campo mantenida en la matriz durante el proceso de separación está en el intervalo general de 7 a 22 kilogauss, pero una intensidad de campo preferible durante el proceso de separación es de unos 15 a 20 kilogauss. Dentro de los límites de la tecnología del separador magnético, también pueden emplearse en la invención intensidades de campo más altas. La suspensión se hace pasar a través de la matriz a una velocidad tal que se mantenga en el campo durante al menos 15 segundos, prefiriéndose un tiempo de permanencia de desde 1/2 a 2 minutos. No

1 olvidando su efecto en las velocidades de tratamiento, tam-
bién son aceptables los tiempos de permanencia más largos,
y pueden lograrse o bien en un sólo paso o por medio de pa-
5 sos acumulados a través de la matriz. La suspensión, tal co-
mo se hace pasar a través del separador magnético, compren-
de típicamente alrededor de 20 a 70% de sólidos, prefirién-
dose de 20 a 40% de sólidos.

Aunque la presente invención se ha descrito
particularmente en función de realizaciones específicas de
10 la misma, ha de entenderse, vista la presente descripción,
que los expertos en la técnica podrán hacer numerosas varia-
ciones en la invención, variaciones que aún están compren-
didas en el objeto de la misma. Por consiguiente, la inven-
ción ha de considerarse en un sentido amplio, limitada só-
15 lo por el alcance y espíritu de las reivindicaciones ane-
xas.

20



REIVINDICACIONES

25

Los puntos de invención propia y nueva, que
se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-
tente de Invención en España, por VEINTE años, son los que
se recogen en las reivindicaciones siguientes:

30

1ª.- Un método de abrillantar y purificar



1 una mena calcítica natural, separando de la misma los conta
minantes colorantes, que comprende las operaciones de tritu
rar dicha mena, transformar dicha mena triturada en una sus
5 pensión acuosa, y someter dicha suspensión a una molienda
gruesa para obtener un producto molido hasta tamaño grueso,
desprender cantidades sustanciales de dichos contaminantes
colorantes sometiendo dicho producto molido hasta tamaño
grueso a una posterior operación de molienda en estado húme
do para alterar las partículas de tal modo que al menos el
10 70% de las partículas sean menores de 2 micras, y separar
las impurezas desprendidas de dicha suspensión molida por
segunda vez.

2a.- Un método según la reivindicación 1ª, en
el que dicha operación de molienda gruesa causa una tritura
15 ción tal que en el producto molido hasta tamaño grueso no
más de 1% del material en partículas es de tamaño correspon
diente a una abertura de malla de +44 micras.

3a.- Un método según la reivindicación 1ª, en
el que dicha operación de molienda en húmedo altera las par
20 tículas de tal modo que al menos el 90% de las partículas
son menores de 2 micras.

4a.- Un método según la reivindicación 1ª, que
comprende además la operación de separar el agua de la sus
pensión purificada para producir un material en partículas
25 seco.

5a.- Un método según la reivindicación 1ª, en
el que dicha operación de separación se efectúa, al menos
parcialmente, por flotación de dichas impurezas de dicha
suspensión.

30 6a.- Un método según la reivindicación 1ª, en

1 el que dicha separación se efectúa al menos parcialmente
sometiendo dicha suspensión a una separación magnética
en un campo magnético de alta intensidad.

5 7a.- Un método según la reivindicación
3a, en el que dicha operación de molienda adicional se
efectúa por trituración con arena del producto obtenido
en dicha operación de molienda gruesa.

10 8a.- Un método según la reivindicación
7a, en el que dicha operación de molienda gruesa se efec
túa moliendo con bolas dicha suspensión hasta que no más
del 1% del material en partículas es de tamaño correspon
diente a una abertura de malla de + 44 micras.


15 9a.- Un método según la reivindicación
5a, en el que dicha operación de separación comprende
además someter dicha suspensión a una separación magné
tica en un campo magnético de alta intensidad.

20 10a.- Un método según la reivindicación
9a, en el que dicha separación magnética sigue a dicha
flotación.

20 11a.- Un método según la reivindicación
6a, en el que dicha separación magnética se efectúa so
metiendo dicha suspensión a un campo magnético que tiene
una intensidad media de al menos 15 kilogauss.

25 12a.- Un método según la reivindicación
11a, en el que dicha suspensión se mantiene en el campo
magnético entre 1/2 y 2 minutos.

30 13a.- Un método según la reivindicación
2a, en el que dicha operación adicional de molienda en
húmedo altera las partículas citadas de modo que al menos
el 90% de las partículas son menores de 2 micras; y en



1 el que dichas impurezas desprendidas se separan sometien
do dicha suspensión, en serie, a una operación de flota-
ción y a una separación magnética en un campo magnético
de alta intensidad.

5 14a.- Un método según la reivindicación
13a, en el que dicha separación magnética se efectúa en
un campo que tiene una intensidad media de al menos 15
kilogauss.

10 15a.- Un método según la reivindicación
14a, en el que dicha suspensión se mantiene en dicho cam
po magnético entre 1/2 y 2 minutos.

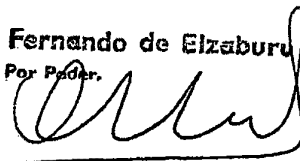
16a.- "UN METODO DE ABRILLANTAR Y PURI-
FICAR UNA MENA CALCITICA NATURAL".

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria
que antecede y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 13 MAY 1977

20 P.A. Fernando de Elzaburu
Por Poder.



25
30
JMM/

