

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 811 761**

51 Int. Cl.:

<b>C09C 1/40</b>	(2006.01)	<b>C09C 1/02</b>	(2006.01)
<b>C01B 33/20</b>	(2006.01)	<b>C09C 1/28</b>	(2006.01)
<b>C01B 33/22</b>	(2006.01)	<b>C09D 7/61</b>	(2008.01)
<b>C01B 33/26</b>	(2006.01)	<b>C09D 7/40</b>	(2008.01)
<b>C09C 1/42</b>	(2006.01)		
<b>C09C 3/04</b>	(2006.01)		
<b>C04B 33/02</b>	(2006.01)		
<b>C01B 33/42</b>	(2006.01)		
<b>C09C 1/30</b>	(2006.01)		
<b>C01B 33/40</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **10.10.2013 PCT/GB2013/052643**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **17.04.2014 WO14057273**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.10.2013 E 13777323 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.05.2020 EP 2906638**

54 Título: **Material de filosilicato en partículas**

30 Prioridad:

**10.10.2012 GB 201218125**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**15.03.2021**

73 Titular/es:

**IMERTECH SAS (100.0%)  
43, quai de Grenelle  
75015 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**HIORNS, ANTHONY**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 811 761 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Material de filosilicato en partículas

Campo de la invención

La presente invención se refiere a filosilicato molido y el uso del mismo.

## 5 Antecedentes de la invención

Las suspensiones acuosas que contienen pigmentos o minerales en placas, tales como los minerales de filosilicato caolín y talco, son usadas ampliamente en varias aplicaciones. Estas incluyen, por ejemplo, la producción de composiciones que contienen pigmento o material de relleno, que pueden ser usadas en la manufactura de papel o recubrimiento de papel, y en la producción de composiciones para pinturas, plásticos y similares.

- 10 Típicamente, las fuentes naturales de minerales en placa comprenden pilas de partículas, en los que las partículas individuales están débilmente unidas una a otra. Estas pilas son creadas mediante procesos químicos durante el proceso de creación de los pigmentos (por ejemplo el caolín es producido mediante la exposición a la intemperie de arcillas o feldespato en condiciones de calor, humedad). En la preparación de productos para uso industrial, estos materiales naturales son procesados típicamente mediante molienda de una suspensión acuosa del material en presencia de un medio duro de molienda (por ejemplo esferas de cerámica o arena).

- 15 La práctica actual es procesar la materia prima mediante suspensión del producto en agua, a sólidos relativamente bajos (típicamente <40% de contenido seco). Esto facilita el retiro de los contaminantes, la aplicación de tratamientos químicos (por ejemplo blanqueo para mejorar el color) y la refinación del producto hasta un tamaño de partícula objetivo. También se requiere el bajo contenido de sólidos porque una combinación de un creciente factor de forma de partícula (también denominado como "relación de aspecto") y ausencia de dispersante o muy bajo nivel de dispersante, significa que la viscosidad sería demasiado elevada para operaciones normales de procesamiento (por ejemplo bombeo, mezcla, etc.). Se retira entonces el agua del producto y se seca éste, de modo que puede ser vendido como un polvo seco (< 3% de humedad), un granulado (10-20% de humedad) o una pasta líquida dispersa (25-40% de humedad).

- 25 El documento WO 00/59841 A1 enseña las materias primas de caolín para producir novedosos pigmentos de arcilla de caolín, especialmente útiles para el recubrimiento de papel liviano y ultraliviano para impresión por huecograbado y offset, usando con ello un crudo de caolín que tiene una cantidad deseada de minerales de arcilla de filosilicato no caolín, para producir pigmentos de recubrimiento de caolín deslaminados mecánicamente.

- 30 El documento WO2004/061014 A1 enseña una composición de caolín que tiene propiedades físicas mejoradas para el uso en la producción de productos de papel. la composición puede comprender caolín que tiene un factor de forma de por lo menos 20 y una distribución de tamaño de partícula tal que por lo menos 94% en peso del caolín tiene un esd de menor que 2 µm. También se divulga un método para la fabricación de producto de caolín de caolín sedimentario.

- 35 El documento WO 02/16511 A1 se refiere a un método para la producción de un material de caolín en partículas, que es adecuado para el uso con material de relleno SC mejorado. El método incluye además diferentes pasos para la preparación de una suspensión acuosa de alimentación de una fracción de caolín en la cual no más de 10% tiene un tamaño de partícula de 10 µm o mayor y no más de 10% tiene un tamaño de partícula menor que 0.25 µm.

- 40 El documento WO 2004/016697 A2 enseña un producto de pigmento de caolín derivable de caolín crudo obtenido de un depósito secundario de caolín, para el uso en composiciones de recubrimiento para suministrar un recubrimiento brillante sobre papel. El producto de pigmento comprende un caolín procesado en partículas, que tiene una distribución de tamaño de partícula tal que por lo menos aproximadamente 85% en peso de las partículas tiene un diámetro esférico equivalente de 2 µm o menos.

- 45 El documento US6348536B1 divulga un proceso para el tratamiento de un mineral de tipo lámina, en la forma de partículas constituidas por pilas de láminas, para obtener un relleno funcional para un material de polímero. Además, se divulga que el mineral está suspendido en un líquido y es sometido a un procedimiento de deslaminación, después del cual se obtiene un tamaño de partícula menor que el tamaño inicial de partícula. El polvo de talco remanente puede ser incorporado como relleno en termoplásticos, mejorando las propiedades físicas.

- 50 Durante la molienda ocurren dos procesos. Las partículas individuales pueden separarse de la pila, debido a la deslaminación, conduciendo así a un incremento en el factor de forma. Las partículas pueden romperse o quebrarse también, conduciendo a una reducción en el factor de forma. A sólidos más bajos, domina la deslaminación, de modo que hay un aumento significativo en el factor de forma.

Además, cuando el procesamiento ocurre a un bajo contenido de sólidos, el agua tiene que ser entonces retirada para obtener la forma final del producto (por ejemplo pasta líquida con sólidos elevados, granulado o secado por atomización). Puede ser necesario también someter además el producto a centrifugación, para retirar las partículas gruesas. Este procesamiento adicional añade a la cantidad de equipo y maquinaria requeridos (aumento en el gasto de capital) y reduce el rendimiento del material inorgánico en partículas.

#### Resumen de la invención

La invención se refiere a un mineral de filosilicato molido que comprende talco, que tiene un  $d_{50}$  en el intervalo de 0.5 a 10  $\mu\text{m}$  y un factor de forma de 10 a 100.

En un primer aspecto, se suministra un método para la molienda de un material inorgánico en partículas, que comprende:

(i) suministro de una suspensión acuosa que comprende un mineral de filosilicato en partículas que tiene un factor de forma menor que 60; y

(ii) molienda de la suspensión acuosa para formar un producto molido,

en el que el mineral de filosilicato en partículas está presente en la suspensión acuosa en una cantidad mayor que 55% en peso.

En un segundo aspecto, se suministra un método para la molienda de un material inorgánico en partículas, que comprende:

(i) suministro de una suspensión acuosa que comprende un mineral de filosilicato en partículas que tiene un factor de forma menor que 60; y

(ii) molienda de la suspensión acuosa usando un molino de volteo, un molino agitado, un decantador de medio agitado o un molino de torre, para formar un producto molido,

en el que el mineral de filosilicato en partículas está presente en la suspensión acuosa en una cantidad mayor que 45% en peso.

En los dichos primero y segundo aspectos, el factor de forma del mineral de filosilicato en el producto puede ser menor que el factor de forma del mineral de filosilicato en la suspensión acuosa antes de la molienda, o puede ser aproximadamente el mismo que el factor de forma del mineral de filosilicato en la suspensión acuosa antes de la molienda, o puede ser mayor que el factor de forma del mineral de filosilicato en la suspensión acuosa antes de la molienda.

Además, la divulgación se refiere a un mineral molido de filosilicato que comprende caolín en partículas que tiene un  $d_{50}$  en el intervalo de 0.1 a 5  $\mu\text{m}$  y un factor de forma de 10 a 100.

Se ha hallado que mediante molienda, a contenido de sólidos relativamente elevado, un mineral inorgánico de filosilicato que ha sido seleccionado por tener un factor de forma relativamente bajo, puede conducir a beneficios significativos. En particular, la molienda de una suspensión dispersa del filosilicato a un elevado contenido de sólidos, significa que no se requiere eliminación del agua o secado.

Además, pueden obtenerse mejoras en el empujamiento del producto formado, y su brillo. También, cuando se muele sólo talco (es decir 100% de talco) o se muele conjuntamente una mezcla de talco/caolín a elevados sólidos, es posible prescindir de la necesidad de un tensioactivo, o agente humectante, que es usado típicamente cuando se produce una pasta líquida de talco con elevado contenido de sólidos. Además, una pasta líquida de talco/caolín molida conjuntamente es más estable (es decir tiene menos posibilidad de decantar o formar gel) y tiene un mejor desempeño de sólidos/viscosidad, comparado con una pasta líquida de talco.

Se ha hallado también que el nivel de partículas gruesas en el producto molido con alto contenido de sólidos, es suficientemente bajo, tal que el producto puede ser usado directamente en el recubrimiento de papel, sin un paso de centrifugación. Típicamente, puede requerirse un paso de centrifugación para retirar las partículas gruesas de productos molidos que han sido preparados mediante molienda de minerales de filosilicato, con objeto de no dar lugar a efectos adversos de escurrimiento en el proceso de alta velocidad de recubrimiento de papel. En ciertas realizaciones de la invención, puede eliminarse tal paso de centrifugación.

Además, los materiales inorgánicos de filosilicato, tales como talco, pueden ser producidos por ciertas realizaciones de los métodos de la presente divulgación, para que tengan un tamaño de partícula fino (por ejemplo, reducido) y factores medios de forma (por ejemplo, factores de forma menores que talco molido húmedo por métodos previos,

aunque mayores que el talco molido seco).

#### Descripción detallada

5 La presente invención suministra los aspectos mencionados anteriormente. También se describen los rasgos y realizaciones opcionales y preferidos de los diferentes aspectos. A menos que se declare de otra forma, cualquier rasgo o realización opcional o preferido puede ser combinado con cualquier otro rasgo o realización opcional o preferido, y con cualquiera de los aspectos de la invención mencionados en esta memoria.

10 Las características de tamaño de partícula descritas en esta memoria son medidas mediante sedimentación del material en partículas, en una condición totalmente dispersa en un medio acuoso en un aparato Sedigraph 5100 para análisis de tamaño de partícula suministrado por Micrometrics Instruments Corporation Norcross, Ga, EEUU. El Sedigraph 5100 suministra mediciones y una gráfica del porcentaje acumulado en peso de partículas que tienen un tamaño denominado en la técnica como el "diámetro esférico equivalente" (esd).

15 El "factor de forma", como se usa en esta memoria, es una medición de la relación del diámetro de partícula al espesor de partícula, para una población de partículas de tamaño y forma variables, como se mide usando los métodos, aparatos y ecuaciones de conductividad eléctrica descritos en el documento de EEUU No. 5576617. Como la técnica para la determinación del factor de forma descrita adicionalmente en la patente '617, se mide la conductividad eléctrica de una composición de una suspensión acuosa de partículas orientadas bajo prueba, a medida que la composición fluye a través de un recipiente. Se toman mediciones de la conductividad eléctrica a lo largo de una dirección del recipiente y a lo largo de otra dirección de recipiente, transversal a la primera dirección. El factor de forma del material en partículas bajo prueba, es determinado usando la diferencia entre las dos mediciones de conductividad.

20 El término " $d_{50}$ " usado en esta memoria se refiere a la mediana del diámetro de partícula y es el diámetro de partícula en el cual 50% en peso del producto es mayor y 50% en peso es menor.

25 El "emпинamiento" de una distribución de tamaño de partícula, como se denomina en esta memoria, es calculado por  $100 \times d_{30} / d_{70}$  ( $d_{30}$  es el tamaño al cual 30% en peso del producto es más grande y 70% es más pequeño,  $d_{70}$  es el tamaño al cual 70% en peso es más grande y 30% es más pequeño).

El término "sólidos" usado en esta memoria se refiere al pigmento en una pasta líquida de pigmento-agua, a menos que por el contexto se defina de otra forma.

#### Material de alimentación de mineral de filosilicato

30 El mineral de filosilicato usado en ciertas realizaciones puede ser seleccionado de caolín, talco y mica. En una realización, se usa un mineral individual de filosilicato, con objeto de producir un material molido que comprende solamente el mineral de filosilicato. Por ejemplo, el mineral individual de filosilicato puede ser caolín o el mineral individual de filosilicato puede ser talco. En otra realización, pueden molerse conjuntamente o comolerse una mezcla de dos o más minerales de filosilicato. Por ejemplo, puede comolerse una mezcla de caolín y talco, usando el método de ciertas realizaciones divulgado en esta memoria. Cuando se usa una mezcla de caolín y talco, la relación en peso de caolín a talco está en el intervalo de 95:5 a 5:95, por ejemplo en el intervalo de preferiblemente entre 50:50 y 90:10.

40 El factor de forma del mineral de filosilicato "de alimentación" en la suspensión acuosa es menor que 60, por ejemplo menor que 50 o menor que 40, o menor que 30, o menor que 20, o menor que 15. El factor de forma del mineral de filosilicato de alimentación puede ser menor que 60 y mayor que 5, o puede ser mayor que 10, o puede ser mayor que 15. En una realización, el mineral de alimentación es talco que tiene un factor de forma de 10 a 45, o de 15 a 35. En otra realización, el mineral de alimentación es un caolín que tiene un factor de forma de 10 a 50.

Cuando en la alimentación está presente caolín, puede tener un  $d_{50}$  en el intervalo de 0.1 a 20  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 0.1 a 10  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 0.1 a 5  $\mu\text{m}$ . El valor de emпинamiento de caolín usado en el mineral de alimentación puede estar en el intervalo de 10 a 50.

45 En una realización, el material de alimentación es caolín que tiene un factor de forma de 10 a 50 y a  $d_{50}$  en el intervalo de 0.1 a 5  $\mu\text{m}$ .

Cuando está presente talco en la alimentación, puede tener un  $d_{50}$  en el intervalo de 2 a 20  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 2 a 15  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 2 a 10  $\mu\text{m}$ .

50 El valor de emпинamiento del talco usado como mineral de alimentación puede estar en el intervalo de 15 a 40, por ejemplo de 25 a 35.

El talco puede tener una blancura de por lo menos aproximadamente 50, o por lo menos aproximadamente 60 o por lo menos aproximadamente 70, como se mide usando un MinoltaChromameter CR300 usando iluminante D65 y una geometría de medición de 2°.

5 El talco puede tener una distribución de tamaño de partícula tal que no más de 50% en peso de las partículas es más pequeño que 2  $\mu\text{m}$ . En una realización el talco puede tener una distribución de tamaño de partícula tal que no más de 40% en peso de las partículas es más pequeño que 2  $\mu\text{m}$ . En otra realización, el talco puede tener una distribución de tamaño de partícula tal que no más de 35% en peso de las partículas es más pequeño que 2  $\mu\text{m}$ . En otra realización, el talco puede tener una distribución de tamaño de partícula tal que no más de 30% en peso de las partículas es más pequeño que 2  $\mu\text{m}$ . en todavía otra realización, el talco puede tener una distribución de tamaño de partícula tal que no más de 25% en peso de las partículas es más pequeño que 2  $\mu\text{m}$ . En una realización, el talco puede tener una distribución de tamaño de partícula tal que no más de 20% en peso de las partículas es más pequeño que 2  $\mu\text{m}$ . En ciertas realizaciones, el talco puede tener una distribución de tamaño de partícula tal que no más de 15% en peso de las partículas es más pequeño que 2  $\mu\text{m}$ .

15 En una realización, el material de alimentación es talco que tiene un factor de forma de 15 a 35 y un  $d_{50}$  en el intervalo de 2 a 20  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 2 a 10  $\mu\text{m}$ .

20 En el primer aspecto, el material de alimentación de filosilicato en partículas está presente en la suspensión acuosa en una cantidad mayor que 55% en peso, por ejemplo mayor que 60% en peso, o mayor que 65% en peso. En ciertas realizaciones, el mineral de alimentación de filosilicato está presente en una cantidad de no más de 70 % en peso. en una realización, mineral de alimentación de filosilicato en partículas está presente en la suspensión acuosa en una cantidad de 55 a 65 % en peso.

25 En el segundo aspecto, el mineral de alimentación de filosilicato en partículas está presente en la suspensión acuosa en una cantidad mayor que 45% en peso, por ejemplo mayor que 50% en peso, o mayor que 55% en peso, o mayor que 60% en peso, o mayor que 65% en peso. En ciertas realizaciones, el mineral de alimentación de filosilicato está presente en una cantidad no mayor que 70 % en peso. En una realización, el mineral de alimentación de filosilicato en partículas está presente en la suspensión acuosa en una cantidad de 55 a 65 % en peso.

Adicionalmente al mineral de filosilicato presente en la suspensión acuosa para molienda, pueden estar presentes uno o más otros minerales en partículas. En una realización de la invención, el único mineral en partículas presente en la suspensión acuosa es el mineral de filosilicato. Así, en tales realizaciones no está presente mineral adicional en partículas.

30 El mineral de filosilicato para uso como material de alimentación puede ser un preparado de la materia prima, por uno o más pasos de procesamiento previo. Por ejemplo, las materias primas pueden ser procesadas en suspensión acuosa para retirar los contaminantes e impurezas, por ejemplo mediante separación magnética. La materia prima puede ser también blanqueada usando métodos conocidos por aquellos expertos en la técnica. También la materia prima puede ser sometida a un proceso preliminar para reducir el tamaño de partícula de la materia prima aglomerada. Por ejemplo, la materia prima puede ser triturada o molida para reducir el tamaño de partícula al tamaño de partícula deseado del material de alimentación. En ciertas realizaciones en las que el mineral de filosilicato es talco, el material de alimentación puede ser sometido a un paso inicial de molienda en seco. En ciertas realizaciones en las que el mineral de filosilicato es caolín, el material de alimentación puede ser sometido a un paso inicial de molienda en húmedo.

40 A la suspensión que comprende el material grueso preprocesado puede eliminársele el agua mediante, por ejemplo, uso de una prensa de tubo, aunque se contemplan también otros métodos de eliminación del agua, tales como secado térmico o por atomización. En ciertas realizaciones, el producto al que se ha eliminado el agua puede tener un contenido elevado adecuado de sólidos, correspondiente al deseado para la etapa de molienda.

45 En realizaciones alternas, puede dispersarse el producto al que se ha eliminado el agua, usando un agente dispersante adecuado.

Los agentes dispersantes adecuados son aditivos químicos capaces, cuando están presentes en una cantidad suficiente, de actuar sobre las partículas del material en partículas, para prevenir o restringir efectivamente la floculación o aglomeración de las partículas hasta una extensión deseada, de acuerdo con requerimientos normales de procesamiento. El dispersante puede estar presente en niveles de hasta aproximadamente 1% en peso, e incluye, por ejemplo, polielectrolitos tales como poliácridatos y copolímeros que contienen especies de poliácridato, especialmente sales de poliácridato (por ejemplo, sodio y aluminio opcionalmente con una sal de metal del grupo II), hexametafosfatos de sodio, poliol no iónico, ácido polifosfórico, fosfato condensado de sodio, tensioactivos no iónicos, alcanolaminas y otros reactivos usados comúnmente para esta función. El dispersante puede ser seleccionado, por ejemplo, de entre materiales dispersantes convencionales usados comúnmente en el procesamiento y molienda de materiales inorgánicos en partículas. Tales dispersantes serán bien reconocidos por

aquellos expertos en la técnica. Generalmente son sales solubles en agua capaces de suministrar especies aniónicas que en sus cantidades efectivas pueden adsorberse sobre la superficie de las partículas inorgánicas y mediante ello inhibir la agregación de las partículas. Las sales no solvatadas incluyen de manera adecuada cationes de metales alcalinos tales como sodio. En algunos casos la solvatación puede ser asistida haciendo la suspensión acuosa ligeramente alcalina. Los ejemplos de dispersantes adecuados incluyen: fosfatos condensados solubles en agua, por ejemplo, sales de polimetáfosfato [forma general de las sales de sodio:  $(\text{NaPO}_3)_x$ ] tales como metafosfato de tetrasodio o llamado "hexametáfosfato de sodio" (sal de Graham); sales solubles en agua de ácidos polisilícicos; polielectrolitos; sales de homopolímeros o copolímeros de ácido acrílico o ácido metacrílico, o sales de polímeros de otros derivados de ácido acrílico, que de manera adecuada tienen un promedio ponderado de masa molecular menor que aproximadamente 20,000. Son especialmente preferidos hexametáfosfato de sodio y poliácido de sodio, este último teniendo de manera adecuada un promedio ponderado de masa molecular en el intervalo de aproximadamente 1,500 a aproximadamente 10,000.

En ciertas realizaciones de la invención, el talco es molido solo o es comolido con caolín, en ausencia de cualquier especie de tensioactivo. Esto reduce y simplifica el sistema dispersante necesario durante la molienda. Normalmente, con objeto de fabricar una pasta líquida de talco con alto contenido de sólidos, adicionalmente a la presencia de un dispersante, se incluye un tensioactivo y se mantiene relativamente alto el pH. Sin embargo, se halló que cuando se fabrica la mezcla antes de la molienda, el talco puede ser añadido a una pasta líquida de caolín, sin necesidad de ningún tensioactivo, aunque puede ser necesario incluir una cantidad adicional de dispersante, típicamente la misma que es usada para reprocesar caolín.

En ciertas realizaciones del método divulgado en esta memoria, se ha hallado que la adición de un agente espesante a la suspensión no es necesaria. Por ello, en ciertas realizaciones de la invención, la molienda es llevada a cabo en ausencia de cualquier agente espesante.

#### Molienda de la suspensión acuosa

La suspensión acuosa de material de alimentación de filosilicato es sometida a molienda. La molienda es llevada a cabo de manera deseable mediante abrasión usando un medio de molienda en partículas. De manera alternativa, las suspensiones pueden ser molidas mediante molienda autógena, es decir en ausencia de un medio de molienda. Cuando se usa, el medio de molienda en partículas, cuando está presente, puede ser de un material natural o uno sintético. El medio de molienda puede comprender, por ejemplo, bolas, esferas o pellas de cualquier material duro, material cerámico o metálico; tales materiales pueden incluir, por ejemplo, alúmina, zirconia, zirconio, silicato, silicato de aluminio o el material rico en mulita que es producido mediante calcinación de arcilla caolinítica a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 1300°C a aproximadamente 1800°C. De modo alternativo, pueden usarse partículas de arena natural de un tamaño adecuado de partícula.

La molienda puede ser llevada a cabo en una o más etapas. Por ejemplo, la suspensión de alimentación puede ser molida parcialmente en un primer picador por abrasión, alimentándose luego la suspensión de material inorgánico en partículas parcialmente molido, a un segundo picador por abrasión para la molienda adicional, después de lo cual la suspensión del material molido puede ser alimentada a uno o más subsiguientes picadores por abrasión.

Durante la molienda pueden añadirse dosificaciones adicionales de agente de dispersión, según se requiera para mantener una suspensión fluida.

La energía de molienda aplicada durante la molienda puede ser por lo menos 25 kWh/t, por ejemplo por lo menos 50 kWh/t, por lo menos 100 kWh/t, por lo menos 150 kWh/t, por lo menos 200 kWh/t, por lo menos 250 kWh/t, por lo menos 300 kWh/t, o por lo menos 500 kWh/t.

Una vez terminada la molienda, puede retirarse cualquier medio de molienda, y puede eliminarse el agua de la suspensión de producto, si se requiere. En algunas realizaciones de la invención, se focaliza el contenido de sólidos de la suspensión después de terminar la molienda, para que sea el contenido final de sólidos deseados en el producto, en cuyo caso no se requiere eliminación adicional del agua, y en particular puede prescindirse de un paso de secado térmico. Por ejemplo, en una realización en la cual el mineral de filosilicato comprende caolín, el material de alimentación de caolín puede ser preparado mediante un método en el cual se logra la eliminación del agua solamente mediante compresión en tubo y se ejecuta el paso de molienda con sólidos elevados para producir la pasta líquida con el nivel final requerido de sólidos objetivo. En otra realización en la cual el mineral de filosilicato en la suspensión que va a ser molida es 100% caolín, el material de alimentación de caolín puede ser preparado mediante un método en el cual se logra la eliminación del agua solamente por compresión en tubo y se ejecuta el paso de molienda con altos sólidos, para producir la pasta líquida con el nivel final requerido de sólidos objetivo. Mediante ello se evita el costoso secado térmico.

La molienda puede ser llevada a cabo en un dispositivo adecuado de molienda. En ciertas realizaciones, el dispositivo de molienda puede ser un molino abierto que tiene un eje vertical, sin recirculación de la suspensión. A

modo de ejemplo, el dispositivo de molienda puede ser un molino de volteo (por ejemplo, de barra, bola y autógeno), un molino agitado (por ejemplo, SAM, molino GK, o IsaMill), un molino con malla tal como un decantador de medio agitado (SMD), o un molino de torre. En ciertas realizaciones, se prefiere el uso de un decantador de molino agitado. En el libro de texto "Wills' Mineral Processing Technology", 7ª edición, capítulo 7, cuyo contenido es incorporado en esta memoria como referencia para todos los propósitos, puede encontrarse información adicional sobre molinos con agitación.

#### Producto de mineral molido de filosilicato

En una realización, el producto molido obtenido mediante molienda de la suspensión acuosa de mineral de filosilicato tiene un factor de forma que es aproximadamente el mismo o está reducido, comparado con el del material de alimentación. Este puede ser el caso cuando las partículas de mineral de alimentación son relativamente delgadas y tienen una elevada relación de aspecto, por ejemplo cuando la alimentación ya ha sido completamente deslaminada (de modo que no es posible un incremento adicional en el factor de forma). El factor máximo de forma puede estar entre 10 y 45, por ejemplo entre 12 y 40.

En otra realización, el producto molido obtenido mediante molienda de la suspensión acuosa de mineral de filosilicato tiene un factor aumentado de forma comparado con el del material de alimentación. El factor de forma puede ser aumentado en por lo menos 50% o por lo menos 100%, y puede depender de, por ejemplo, el origen del mineral. Así, algunos depósitos pueden tener una proporción mayor de pilas de partículas comparada con otros, y por ello pueden dar un mayor incremento en el factor de forma. En realizaciones, el factor incrementado de forma será menor que 100, o menor que 80 o menor que 60 o menor que 50. Cuando el producto molido es una mezcla de minerales de filosilicato, se presenta aumento del factor de forma de cada mineral de filosilicato en la mezcla, y el factor incrementado de forma (u otra propiedad) es medido sobre la mezcla de los minerales, comparado con el factor de forma de la mezcla de minerales de filosilicato en la alimentación.

Cuando el mineral de filosilicato comprende caolín, el factor de forma del caolín en el producto es mayor que el factor de forma del caolín en el material de alimentación, y está en el intervalo de 10 a 100, por ejemplo en el intervalo de 10 a 50.

Cuando el mineral de filosilicato comprende talco, el factor de forma del talco en el producto es mayor que el factor de forma del talco en el material de alimentación, y está en el intervalo de 10 a 100, por ejemplo en el intervalo de 20 a 70, o en el intervalo de 30 a 60, o en el intervalo de 40 a 50.

Cuando el mineral de filosilicato comprende caolín, el  $d_{50}$  del caolín en el producto está, por ejemplo en el intervalo de 0.1 a 10  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 0.1 a 5  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 0.1 a 3  $\mu\text{m}$ .

Cuando el mineral de filosilicato comprende talco, el  $d_{50}$  del talco en el producto está, por ejemplo en el intervalo de 0.1 a 20  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 0.5 a 10  $\mu\text{m}$ , por ejemplo en el intervalo de 0.5 a 6  $\mu\text{m}$  o en el intervalo de 1.0 a 5  $\mu\text{m}$ , o en el intervalo de 1.5 a 4  $\mu\text{m}$ .

El contenido de sólidos de la suspensión acuosa resultante después de la molienda estará determinado por el contenido de sólidos de la suspensión acuosa del material de alimentación. Debido a la evaporación de agua durante la molienda, el contenido de sólidos de la suspensión acuosa resultante después de la molienda puede ser mayor que el del material de alimentación, a menos que se añada agua adicional durante la molienda, para mantener un contenido deseado de sólidos.

El mineral molido de filosilicato obtenido mediante los métodos divulgados en esta memoria es otro aspecto. Así, ciertas realizaciones suministran también un caolín en partículas, opcionalmente en suspensión acuosa, que tiene un  $d_{50}$  en el intervalo de 0.1 a 5  $\mu\text{m}$  y un factor de forma de 10 a 100, por ejemplo un  $d_{50}$  está en el intervalo de 0.4 a 2.5  $\mu\text{m}$  y un factor de forma está en el intervalo de 10 a 50. En ciertas realizaciones, la invención suministra un talco en partículas, opcionalmente en suspensión acuosa, que tiene un  $d_{50}$  en el intervalo de 0.5 a 10  $\mu\text{m}$  y un factor de forma de 10 a 100, por ejemplo un  $d_{50}$  en el intervalo de 1.0 a 6.0  $\mu\text{m}$  y el factor de forma está en el intervalo de 20 a 70.

#### Ejemplos de realizaciones de la invención

En una realización, el mineral de alimentación de filosilicato es caolín que tiene un factor de forma de 10-20 y un  $d_{50}$  de 2  $\mu\text{m}$  o mayor, por ejemplo un factor de forma de 15 a 20 y un  $d_{50}$  de 2 a 5  $\mu\text{m}$ . La molienda es ejecutada a 55 % en peso de sólidos, o mayor. El mineral de producto tiene un factor de forma mayor que 25, o mayor que 30, o mayor que 40 o mayor que 50, y tiene un  $d_{50}$  de 1.5  $\mu\text{m}$  o menor.

En otra realización, el mineral de alimentación de filosilicato es caolín que tiene un factor de forma de 5-15 y un  $d_{50}$  de 0.5  $\mu\text{m}$  o mayor, por ejemplo un factor de forma de 10 a 15 y un  $d_{50}$  de 0.5 a 2  $\mu\text{m}$ . La molienda es ejecutada a 55

% en peso de sólidos o mayor. El mineral de producto tiene un factor de forma que es aproximadamente el mismo factor de forma del mineral de alimentación, o tiene un factor de forma que es mayor que el factor de forma del mineral de alimentación, por ejemplo mayor que 15, o mayor que 20, o mayor que 25 o mayor que 30. Además, el mineral de producto tiene un  $d_{50}$  menor que 0.5  $\mu\text{m}$ .

5 En otra realización, el mineral de alimentación de filosilicato es talco que tiene un factor de forma de 10-30 y un  $d_{50}$  de 5  $\mu\text{m}$  o mayor, por ejemplo un factor de forma de 15 a 25 y un  $d_{50}$  de 5 a 10  $\mu\text{m}$ . La molienda es ejecutada a 55 % en peso de sólidos o más. El mineral de producto tiene un factor de forma mayor que 40, o mayor que 50, o mayor que 60. Además, el mineral de producto tiene un  $d_{50}$  menor que 5  $\mu\text{m}$ .

10 En otra realización, el mineral de alimentación de filosilicato es talco que tiene un factor de forma de 30-50 y un  $d_{50}$  de 2  $\mu\text{m}$  o más, por ejemplo un factor de forma de 35 a 45 y un  $d_{50}$  de 2.5 a 5  $\mu\text{m}$ . La molienda es ejecutada a 55 % en peso de sólidos o más. El mineral de producto tiene un factor aumentado de forma mayor que 40, o mayor que 45, o mayor que 50. Además, el mineral de producto tiene un  $d_{50}$  disminuido menor que 2.5  $\mu\text{m}$ .

15 En otra realización, el mineral de alimentación de filosilicato es una mezcla de caolín y talco en una relación de peso de 1:1 a 5:1, en la cual el talco tiene un factor de forma de 10-30 y un  $d_{50}$  de 5  $\mu\text{m}$  o mayor, y el caolín tiene un factor de forma de 10-30 y un  $d_{50}$  de 2  $\mu\text{m}$  o mayor. La molienda es ejecutada a 55 % en peso de sólidos o más. El mineral de producto tiene un factor aumentado de forma mayor que 30, o mayor que 40. Además, el mineral de producto mixto tiene un  $d_{50}$  disminuido menor que 2.5  $\mu\text{m}$ .

Usos del material molido en partículas

20 El material en partículas molido obtenido usando ciertas realizaciones de los métodos divulgados en esta memoria, puede ser usado en una amplia variedad de aplicaciones, como será fácilmente evidente para alguien de destreza ordinaria en esta técnica. En ciertas realizaciones, el material inorgánico en partículas está presente como un pigmento de recubrimiento o relleno, o como parte de una composición de recubrimiento o de relleno. Las aplicaciones incluyen, por ejemplo, la preparación de: papel (cuyo término incluye dentro de su alcance todas las formas de papel, tarjeta, cartel, cartón y similares, incluyendo sin limitación papel para impresión y papel para escritura); polímeros y cauchos, por ejemplo plásticos (que pueden estar en la forma de una película); pinturas; sellantes y masillas; cerámicas; así como composiciones que son procesadas a continuación para obtener cualquiera de las anteriores.

Ahora se describirán realizaciones particulares de la presente invención, con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes y los dibujos acompañantes.

30 **Ejemplos**

**Ejemplo 1**

35 Se preparó un caolín de alimentación que tiene un  $d_{50}$  de 2.1  $\mu\text{m}$ , un contenido de partículas que tiene un esd de 2  $\mu\text{m}$  o más pequeño, de 48% en peso, un empinamiento de 31 y un factor de forma de 17, en suspensiones acuosas completamente dispersas, que tenían un contenido de sólidos de 30% y 60% en peso. El agente dispersante era un dispersante de poliacrilato de sodio.

Las suspensiones fueron molidas por abrasión usando un medio (8/14) de molienda de alta densidad de tamaño medio, con cantidades variables de aporte de energía. En la tabla 1 abajo se exponen los resultados obtenidos.

Tabla 1

	Contenido de 2 $\mu\text{m}$ (%)		$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )		Empinamiento		Factor de forma	
	30	60	30	60	30	60	30	60
Sólidos de molienda (%)	30	60	30	60	30	60	30	60
Energía de molienda (kWh/t)								
0	48	48	2.10	2.10	31	31	17	17

40

(continuación)

	Contenido de 2µm (%)		d <sub>50</sub> (µm)		Empinamiento		Factor de forma	
	30	60	30	60	30	60	30	60
Sólidos de molienda (%)	30	60	30	60	30	60	30	60
Energía de molienda (kWh/t)								
25	66	56	1.33	1.71	32	31	41	31
50	72	61	1.08	1.51	31	30	50	40
75	77	64	0.91	1.38	31	30	57	46
100	80	66	0.83	1.30	32	29	60	52

**Ejemplo 2**

5 Se usó el método del Ejemplo 1 para moler una alimentación de caolín diferente. El caolín usado tenía un d<sub>50</sub> de 0.86 µm, un contenido de partículas que tenía un esd de 2 µm o más pequeño, de 70% en peso, un empinamiento de 21 y un factor de forma de 11. En la Tabla 2 abajo se exponen los resultados obtenidos.

**Ejemplo 3**

10 Se usó el método del Ejemplo 1 para moler una alimentación de caolín diferente. El caolín usado tenía un d<sub>50</sub> de 0.56 µm, un contenido de partículas que tenía un esd de 2 µm o más pequeño, de 90% en peso, un empinamiento de 36 y un factor de forma de 12. En la Tabla 3 abajo se exponen los resultados obtenidos.

Tabla 2

	Contenido de 2µm (%)		d <sub>50</sub> (µm)		Empinamiento		Factor de forma	
	30	60	30	60	30	60	30	60
Sólidos de molienda (%)	30	60	30	60	30	60	30	60
Energía de molienda (kWh/t)								
0	70	70	0.86	0.86	21	21	11	11
25	84	81	0.78	0.63	37	27	14	21
50	88	85	0.71	0.55	40	28	13	26
75	90	88	0.65	0.52	41	29	13	28
100	92	90	0.63	0.49	41	31	19	34
150	93	90	0.56	0.48	40	30	29	39
200	95	92	0.51	0.45	39	30	27	32

# ES 2 811 761 T3

Tabla 3

	Contenido de 2µm (%)		d <sub>50</sub> (µm)		Empinamiento		Factor de forma	
	30	60	30	60	30	60	30	60
Sólidos de molienda (%)	30	60	30	60	30	60	30	60
Energía de molienda (kWh/t)								
0	90	90	0.56	0.56	36	36	12	12
25	93	91	0.56	0.56	42	38	13	12
50	94	93	0.54	0.54	44	40	14	14
75	95	94	0.54	0.54	43	38	14	13
100	96	95	0.52	0.53	44	38	14	14

### Ejemplo 4

Se preparó un talco de alimentación que tiene un d<sub>50</sub> de 8.4 µm, un contenido de partículas que tiene un esd de 2 µm o más pequeño, de 13% en peso, un empinamiento de 31 y un factor de forma de 21, en una suspensión acuosa totalmente dispersa que tenía un contenido de sólidos de 60% en peso. Se usó el mismo agente dispersante que se había usado para preparar las suspensiones de caolín.

La suspensión fue molida usando un medio (8/14) de molienda de alta densidad de tamaño medio, con cantidades variables de aporte de energía. En la Tabla 4 abajo se exponen los resultados obtenidos.

Para comparación, se incluyeron también los resultados para un talco procesado en seco y un talco molido en húmedo disponible comercialmente.

Tabla 4

	Talco grueso			Talco procesado en seco	Talco molido en húmedo
	0	125	250	x	x
Energía de molienda (kWh/t)	0	125	250	x	x
Contenido de 2µm (%)	13	25	35	35	48
d <sub>50</sub> (µm)	8.4	5.9	2.8	3.0	2.1
Empinamiento	31	39	41	36	37
Factor de forma	21	64	71	34	101

### Ejemplo 5

Se repitió el Ejemplo 4 usando un talco diferente, que tiene un factor de forma de 20, un d<sub>50</sub> de 7.55µm y un contenido de partículas que tiene un esd de 2 µm o más pequeño, de 13% en peso. En la Tabla 5 abajo se exponen los resultados obtenidos 5. El contenido de sólidos fue de 60 % en peso.

Tabla 5

	Talco grueso		
	0	125	250
Energía de molienda (kWh/t)	0	125	250
Contenido de 2µm (%)	13	26	35
d <sub>50</sub> (µm)	7.55	3.68	2.80
Factor de forma	20	63	70

**Ejemplo 6**

Se repitió el Ejemplo 4 usando un talco diferente, que tiene un factor de forma de 39, un d<sub>50</sub> de 2.96µm y un contenido de partículas que tiene un esd de 2 µm o más pequeño, de 35% en peso. En la Tabla 6 abajo se exponen los resultados obtenidos 6. El contenido de sólidos fue de 57 % en peso.

Tabla 6

	Talco grueso		
	0	125	250
Energía de molienda (kWh/t)	0	125	250
Contenido de 2µm (%)	35	39	48
d <sub>50</sub> (µm)	2.96	2.30	2.05
Factor de forma	39	52	55

**Ejemplo 7**

Se repitió el Ejemplo 4 usando una mezcla de 75% en peso de caolín y 25 % en peso de talco. el contenido total de sólidos en la suspensión acuosa para molienda fue de 64 % en peso.

En la Tabla 7 abajo se exponen las características del caolín de alimentación y el talco de alimentación, junto con los resultados obtenidos.

Tabla 7

	Talco			Caolín			Mezcla de caolín/talco			Caolín/Talco comolido		
	0	125	250	0	125	250	0	125	250	0	125	250
Energía de molienda (kWh/t)	0	125	250	0	125	250	0	125	250	0	125	250
Sólidos de molienda (%)	60	60	60	69	69	69	x	x	x	64	64	64
Contenido de 2µm (%)	13	25	35	45	63	70	34	54	61	40	51	56
d <sub>50</sub> (µm)	8.4	5.9	2.8	2.3	1.3	1.0	3.0	1.8	1.4	2.8	1.9	1.6
Empinamiento	31	39	41	35	27	26	36	27	26	27	25	23
Factor de forma	21	64	71	25	39	38	24	45	46	22	43	45

**REIVINDICACIONES**

1. Un mineral molido de filosilicato que comprende talco en partículas que tienen un  $d_{50}$  en el intervalo de 0.5 a 10  $\mu\text{m}$  y un factor de forma de 10 a 100, en el que el factor de forma es la medida de la relación de diámetro de partícula a espesor de la partícula, para una población de tamaño y forma variables, como se miden usando los métodos, aparatos y ecuaciones de conductividad eléctrica descritos en el documento de EEUU No. 5,576,617.
2. Un mineral molido de filosilicato de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el factor de forma está en el intervalo de 20 a 70.
3. Un mineral molido de filosilicato de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el factor de forma está en el intervalo de 30 a 60.
4. Un mineral molido de filosilicato de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el  $d_{50}$  está en el intervalo de 0.5 a 6  $\mu\text{m}$ .
5. Un mineral molido de filosilicato de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el  $d_{50}$  está en el intervalo de 1.0 a 5  $\mu\text{m}$ .
6. Un mineral molido de filosilicato de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el  $d_{50}$  está en el intervalo de 1.5 a 4  $\mu\text{m}$ .
7. Un mineral molido de filosilicato de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el  $d_{50}$  está en el intervalo de 1.0 a 6.0  $\mu\text{m}$  y el factor de forma está en el intervalo de 20 a 70.
8. Uso del mineral molido de filosilicato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 como un pigmento para recubrimiento o un material de relleno, o como una parte de una composición de recubrimiento o de relleno, en la preparación de papel, tarjeta, cartel, cartón, papel para escritura, papel para impresión, polímeros, cauchos, plásticos, películas plásticas, pinturas, sellantes, masillas, o cerámicas.
9. Composición que comprende el mineral molido de filosilicato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, para uso en la obtención de papel, tarjeta, cartel, cartón, papel para escritura, papel para impresión, polímeros, cauchos, plásticos, películas plásticas, pinturas, sellantes, masillas, o cerámicas.
10. Papel que comprende el mineral molido de filosilicato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el papel es cualquier papel, tarjeta, cartel, cartón, tal como por ejemplo papel para impresión papel para escritura.
11. Polímero o caucho que comprende el mineral molido de filosilicato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el polímero o caucho puede ser un plástico, tal como una película plástica.
12. Pintura que comprende el mineral molido de filosilicato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
13. Sellante que comprende el mineral molido de filosilicato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
14. Masilla que comprende el mineral molido de filosilicato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
15. Cerámica que comprende el mineral molido de filosilicato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.