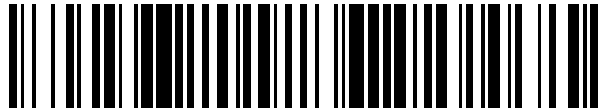


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 524 615**

51 Int. Cl.:

B82Y 30/00 (2011.01)

C01B 33/40 (2006.01)

C09C 1/28 (2006.01)

C01B 33/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.07.2007 E 07803867 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.09.2014 EP 2046683**

54 Título: **Procedimiento de preparación de una composición de talco sintético a partir de una composición de kerolitas**

30 Prioridad:

17.07.2006 FR 0606476

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

10.12.2014

73 Titular/es:

**LUZENAC EUROPE SAS (50.0%)
2 place Edouard Bouillères
31100 Toulouse, FR y
CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE -CNRS- (50.0%)**

72 Inventor/es:

**MARTIN, FRANÇOIS;
FERRET, JOCELYNE;
LEBRE, CÉDRIC;
PETIT, SABINE;
GRAUBY, OLIVIER;
BONINO, JEAN-PIERRE;
ARSEGUEL, DIDIER;
DECARREAU, ALAIN y
FERRAGE, ERIC**

74 Agente/Representante:

IZQUIERDO BLANCO, María Alicia

ES 2 524 615 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).

Procedimiento de preparación de una composición de talco sintético a partir de una composición de kerolitas

DESCRIPCIÓN

5 La invención se refiere a un procedimiento de preparación de una composición de talco sintético que comprende partículas de talco térmicamente estables, que tienen por fórmula $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$. Según los parámetros particulares aplicados en la puesta en práctica de este procedimiento, la granulométrica de estas partículas de talco sintético varía entre varias decenas de nanómetros y una decena de micrómetros, con una distribución esencialmente unimodal y monodispersa.

10 El talco natural es un mineral, un silicato de magnesio hidratado de fórmula $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$, dispuesto en un apilamiento de láminas.

15 Utilizado esencialmente en forma de partículas finas, el talco tiene aplicaciones en numerosos sectores industriales: termoplásticos, elastómeros, papel, pintura, barniz, textil, metalurgia, farmacia, cosmética, productos fitosanitarios, abonos, etc. en donde se incorpora a las composiciones como carga inerte (por su estabilidad química, por ejemplo, para diluir las sustancias activas, los materiales caros) o como adyuvante funcional (por ejemplo, para rectificar/reforzar ciertas propiedades mecánicas o eléctricas de diversos materiales), como lubricante, emoliente, agente hidrófugo, etc. Asimismo, su gran capacidad de absorción de aceites abre numerosas perspectivas en el desarrollo de nuevas técnicas de descontaminación.

20 Para algunas de estas aplicaciones, se buscan una pureza elevada, una gran lamelaridad y una fineza determinada de partículas, así como una distribución granulométrica y lamelar estrecha, puesto que pueden ser determinantes para la calidad del producto final.

25 No obstante, para preparar una composición pulverulenta a partir de bloques de talco natural, las técnicas tradicionales de molienda y tratamiento del talco no permiten un control verdaderamente preciso de los criterios anteriormente mencionados.

30 En efecto, actualmente no existe ninguna composición sólida dividida de talco natural que sea pura al 100 %; no todas las partículas de esta composición responden a la fórmula química $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$, que de este modo sólo es muy teórica. El grado de pureza y la naturaleza de las impurezas (contenido más o menos importante de Fe, Al, F y trazas de Mn, Ti, Cr, Ni, Ca, Na y/o K) de un talco natural están en función del depósito de origen.

35 Igualmente, la granulometría (finura y distribución granulométrica de partículas pulverulentas) depende esencialmente de las técnicas de molienda mecánica y del material empleados. A partir de un talco natural, los polvos obtenidos por molienda mecánica generalmente tienen una granulometría del orden de algunos micrómetros a varias centenas de micrómetros.

40 Además de una fluctuación no despreciable de la distribución granulométrica de las partículas, la molienda mecánica entraña un deterioro estructural progresivo y significativo del talco y la aparición de numerosos defectos en su estructura cristalina. Cuanto más fina es la molienda más alterada se encuentra la estructura cristalina inicial.

45 En este sentido, se conoce el NANOTALC®, una composición pulverulenta de talco natural que comprende partículas de 70-120 nm, preparada con un método de molienda mecánica particularmente intensivo. Aparte de una estructura cristalina del mineral muy alterada, como en el caso de toda composición preparada a partir de un talco natural, el NANOTALC® no es puro al 100 %.

50 Además, la preparación de talcos sintéticos ha sido objeto de estudios teóricos y científicos desde hace muchos años, sin producir hasta la fecha resultados prácticos satisfactorios –en particular resultados compatibles con las restricciones de calidad y de rentabilidad de una explotación a escala industrial–.

55 La publicación de Decarreau y col., 1989 ("Synthèse et stabilité des stévensites kérolites et talcs, magnésiens et nickelifères, entre 80 et 240°C" -R. Acad. Scie. Paris-, t. 308, serie II, p.301-306) menciona un procedimiento que, según las condiciones operativas aplicadas, conduce a la formación más o menos específica de estevensitas, kerolitas y/o de talcos.

60 Este procedimiento comienza por la formación de un coprecipitado inicial obtenido por medio de una reacción entre una solución de metasilicato de sodio con una solución de cloruro de magnesio (o de níquel). Así se obtiene un gel silicometalico muy hidratado, de consistencia gelatinosa y que tiene por fórmula química: $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{11,n}\text{H}_2\text{O}$ (o $\text{Si}_4\text{Ni}_3\text{O}_{11}$, $n\text{H}_2\text{O}$). Una serie de centrifugaciones y lavados con agua destilada permite que este gel silicometalico se libere del NaCl formado al final de la reacción de coprecipitación.

65 A continuación el gel silicometalico se somete a una desecación forzada, que permite transformar esta composición, muy hidratada y de textura gelatinosa, en una composición silicometalica sólida y deshidratada, que tiene por

- fórmula química $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{11}\cdot n\text{H}_2\text{O}$; con n que hace referencia a algunas moléculas de agua que forman un complejo particularmente estable con la materia sólida, atrapadas en el interior de los poros de esta sustancia sólida (en la presente memoria, $n < n'$). Esta composición silicometalica sólida y deshidratada a continuación se muele/pulveriza en un polvo fino, antes de someterse a un tratamiento hidrotérmico a presión de saturación de vapor de agua. Con este fin, el polvo se dispersa en el agua destilada (por ejemplo, 200 mg de polvo por 30 cm^3). La mezcla se coloca en un autoclave metálico, con un revestimiento interior de politetrafluoroetileno (Teflon®). La duración de este tratamiento hidrotérmico puede ser entre dos semanas y varios meses y la temperatura de tratamiento puede variar entre $80 \text{ }^\circ\text{C}$ y $240 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Esta publicación indica que un tratamiento hidrotérmico de dos semanas, realizado a temperaturas inferiores a $100 \text{ }^\circ\text{C}$, daría lugar a la formación de estevensitas. A temperaturas del orden de $110\text{-}140 \text{ }^\circ\text{C}$, el tratamiento daría lugar a kerolitas, y a temperaturas del orden de $170\text{-}240 \text{ }^\circ\text{C}$, se obtendrían talcos.
- En lo que respecta a talcos preparados por este método, los experimentos de retromorfosis (realizados en particular a $135 \text{ }^\circ\text{C}$) han permitido a los autores de esta publicación constatar una inestabilidad estructural que se traduce en una disminución de la cristalinidad y un desplazamiento hacia la formación de kerolitas.
- El método de síntesis hidrotérmico como el descrito por la publicación de Decarreau y col., 1989 no permite por tanto obtener una composición de talco de calidad satisfactoria –en particular en términos de cristalinidad y de estabilidad térmica–.
- La presente invención tiene por objetivo proponer composiciones de talco sintético que tengan una estructura lamelar y cristalina, así como una estabilidad térmica muy comparable a las de los talcos naturales.
- La invención tiene por objetivo proponer en particular un nuevo procedimiento de preparación de dicha composición de talco sintético cuya realización sea simple y rápida, y que sea compatible con las restricciones de una explotación a escala industrial. En particular, tiene por objetivo mejorar el método de síntesis descrito por la publicación de Decarreau y col., 1989; en especial al remediar la inestabilidad térmica de la estructura cristalina de "talcos" obtenidos por el método descrito en esa publicación.
- La invención también tiene por objetivo proponer un procedimiento que permita la obtención de composiciones pulverulentas de talco sintético de gran pureza, que comprendan partículas minerales muy finas y que tengan un reparto dimensional esencialmente unimodal y monodisperso.
- Para ello, la invención se refiere a un procedimiento de preparación de una composición de talco sintético, en la que una composición de kerolitas se somete a un tratamiento térmico anhidro realizado a una presión inferior a $0,5 \text{ MPa}$, durante un periodo (en particular que oscila entre varias horas y varios días) y con una temperatura de tratamiento superior a $300 \text{ }^\circ\text{C}$. La duración y la temperatura del tratamiento térmico anhidro se seleccionan de manera que se obtengan partículas de talco sintético térmicamente estables y de fórmula $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$.
- La invención es el resultado de la constatación esencial y sorprendente de que un tratamiento térmico anhidro, realizado a una temperatura al menos superior a $300 \text{ }^\circ\text{C}$, permite la conversión de forma extremadamente simple de una composición de kerolitas en una composición de talco sintético estable y pura de características definidas de forma muy precisa y previsible.
- Muy en particular, los inventores han puesto en evidencia que un tratamiento térmico anhidro de acuerdo con la invención tiene por efecto la inducción de una reorganización progresiva de la estructura lamelar "pseudo-cristalina e hidratada" de una kerolita al reducir los vacíos de la red cristalina, y la liberación de moléculas de agua atrapadas en los espacios interfoliares.
- Un tratamiento térmico anhidro realizado a $300 \text{ }^\circ\text{C}$ permite la inducción de modificaciones notables de forma efectiva sobre la estructura de las kerolitas (modificaciones que son detectables en particular mediante métodos de análisis por infrarrojos y difracción por rayos X), capaces de producir un talco sintético.
- De forma ventajosa y de acuerdo con la invención, por tanto se realiza el tratamiento térmico anhidro a una temperatura del orden de $500\text{-}550 \text{ }^\circ\text{C}$. A dicha temperatura, se obtiene un talco sintético en 5 h aproximadamente. De forma ventajosa y de acuerdo con la invención, para obtener partículas de talco sintético estables térmicamente, la duración del tratamiento es superior a 5 h.
- De forma ventajosa y de acuerdo con la invención, el tratamiento térmico anhidro se lleva a cabo al aire ambiente, en el interior de un crisol, por ejemplo, de cerámica o de cualquier otro material adaptado a la temperatura de tratamiento.
- Directamente al final del tratamiento térmico anhidro conforme con la invención, se recupera una sustancia en bruto, sólida y de color blanco y que corresponde a agregados más o menos gruesos formados de partículas elementales de talco sintético, agregadas entre sí. De forma ventajosa y de acuerdo con la invención, al final del tratamiento

térmico anhidro, está prevista una molienda mecánica para separar los agregados en partículas de talco elementales individualizadas y obtener de este modo una composición pulverulenta. El reparto dimensional de estas partículas elementales es esencialmente unimodal y monodisperso.

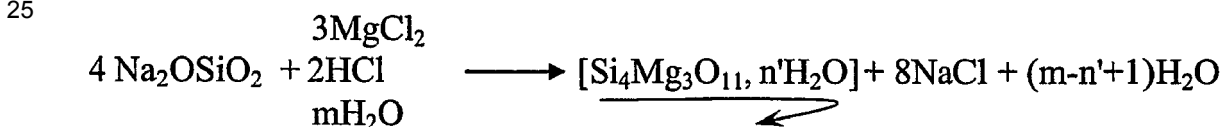
5 Según un modo preferido de realización, de forma ventajosa y de acuerdo con la invención, se utiliza una composición de kerolitas preparada previamente a partir de un gel silicometalico de fórmula química $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{11},n'\text{H}_2\text{O}$ por medio de un tratamiento hidrotérmico adecuado.

10 En este caso, un procedimiento de acuerdo con la invención asimismo comprende de forma ventajosa una etapa preliminar en la que se prepara una composición de kerolitas, composición que posteriormente será sometida a un tratamiento térmico anhidro como se ha descrito anteriormente.

15 De forma ventajosa y de acuerdo con la invención, dicha composición de kerolitas se prepara a partir de un gel silicometalico de la fórmula $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{11},n'\text{H}_2\text{O}$, que se ha sometido a tratamiento hidrotérmico a presión de saturación de vapor de agua y a una temperatura de 100 °C a 240 °C durante un periodo de un día a varios meses.

20 La elección de los parámetros, en particular de la temperatura y de la duración, de dicho tratamiento hidrotérmico permite un cierto control sobre la granulometría de las partículas de talco sintético que se obtendrán finalmente. Según los parámetros seleccionados, las partículas de talco sintético que se obtienen al final, tendrán una granulometría que va desde varias decenas de nanómetros a una decena de micrómetros, con un reparto granulométrico sensiblemente unimodal y monodisperso.

25 De forma ventajosa y de acuerdo con la invención, se prepara el gel silicometalico por coprecipitación de acuerdo con la reacción:



30 con m, n' y (m-n'+1) que son números enteros positivos.

35 De forma ventajosa y de acuerdo con la invención, la composición de kerolitas obtenida directamente del tratamiento hidrotérmico de dicho gel silicometalico se seca y se muele para obtener una composición pulverulenta antes de someterla a dicho tratamiento térmico anhidro. Para ello, el secado se puede realizar por medio de un horno; por ejemplo, a una temperatura del orden de 60 °C, durante al menos uno a dos días. La molienda se realiza de forma ventajosa mecánicamente; por ejemplo con un mortero, preferentemente de ágata para evitar cualquier riesgo de contaminación de la composición de kerolitas.

40 De forma muy comparable a las partículas de talco natural, las partículas de talco sintético de una composición de acuerdo con la invención tienen una organización microscópica en láminas superpuestas; cada lámina presenta una estructura cristalina compuesta de una capa de octaedros (ocupados por los cationes Mg^{2+}) intercalada entre dos capas de tetraedros invertidos (ocupados por los cationes Si^{4+}). Las similitudes estructurales que existen entre un talco sintético obtenido de acuerdo con la invención y un talco natural se ponen en evidencia por métodos de análisis por difracción de rayos X y por absorción de infrarrojos.

45 Sin embargo se apreciará que, a diferencia de una composición de talco natural, en una composición de talco sintético de acuerdo con la invención, las partículas son exclusivamente partículas de talco que responden a la fórmula química $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$. En efecto, actualmente no existe composición pulverulenta preparada a partir de talco natural que sea 100 % pura.

50 Además, cuando se analiza, por ejemplo, por difracción de rayos X, la distinción entre un talco sintético de una composición de acuerdo con la invención y un talco natural aparece esencialmente en la posición del pico de difracción correspondiente al plano (001). Para un talco sintético de acuerdo con la invención, este pico de difracción se encuentra a una distancia comprendida entre 9,40 Å y 9,68 Å –en lugar de 9,35 Å para el talco natural–.

55 De forma ventajosa, una composición de talco sintético de acuerdo con la invención se distingue en que el análisis por difracción de rayos X de partículas de talco da lugar a la obtención de un difractograma que presenta los siguientes picos de difracción característicos:

- 60
- un pico situado a 9,40-9,68 Å, correspondiente a un plano (001);
 - un pico situado a 4,50-4,60 Å, correspondiente a un plano (020);
 - un pico situado a 3,10-3,20 Å, correspondiente a un plano (003);
 - un pico situado a 1,50-1,55 Å, correspondiente a un plano (060).

65 De forma ventajosa y de acuerdo con la invención, el pico de difracción correspondiente al plano (001) está situado a

una distancia del orden de 9,40-9,43 Å.

Asimismo, en una composición de talco sintético de acuerdo con la invención, las partículas minerales sintéticas presentan conjuntamente una cristalinidad de buena calidad y una granulometría extremadamente fina, entre varias decenas de nanómetros y una decena de micrómetros. En efecto, en el estado actual de las técnicas de molienda, a partir de un talco natural sólo se pueden obtener partículas de dicha finura mediante una "amorfización" (disminución de la cristalinidad) severa del producto. En difracción de rayos X, esta amorfización se traduce en particular en una disminución de la intensidad de los picos de difracción característicos, que especialmente son los picos situados a: 9,35 Å para el plano (001), 4,55 Å para el plano (020), 3,14 Å para el plano (003), y 1,52 Å para el plano (060).

Una composición de talco sintético de acuerdo con la invención se puede presentar en forma "bruta", que comprende partículas de talco sintético agregadas entre sí en forma de agregados. Dicha composición de talco sintético se puede obtener directamente en particular a partir de un tratamiento térmico anhidro de acuerdo con la invención, antes de que se someta a una secuencia de molienda.

Una composición de talco sintético de acuerdo con la invención también se puede presentar de manera ventajosa en forma de composición pulverulenta y deshidratada de partículas de talco sintético individualizadas. Teniendo en cuenta la naturaleza pulverulenta de estas partículas, debido a su baja granulometría (de varias decenas de nanómetros a una decena de micrómetros), a continuación y de forma ventajosa se ponen en solución a fin de conservarlas, hasta el momento de su utilización. En este contexto, en una composición de talco sintético de acuerdo con la invención, las partículas de talco se presentan en forma individualizada y dispersa en un líquido.

De forma ventajosa, en una composición de acuerdo con la invención, las partículas de talco tienen una granulometría inferior a 500 nm –en particular entre 20 nm y 100 nm–.

De forma ventajosa, en una composición de acuerdo con la invención, las partículas de talco tienen una distribución granulométrica esencialmente unimodal y monodispersa.

La invención también se refiere a un procedimiento de preparación de una composición de talco sintético, y a una composición de talco, caracterizadas en combinación por todas o algunas de las características mencionadas anteriormente o a continuación.

Otros objetivos, ventajas y características de la invención serán evidentes tras la lectura de la descripción y los ejemplos siguientes y que se refieren a las Figuras anexas en las que:

- La Figura 1 muestra tres espectros de absorción registrados en el espectro medio de infrarrojos, y que corresponde a tres composiciones minerales sintéticas particulares y de acuerdo con la invención,
- las Figuras 2a y 2b corresponden a ampliaciones de los espectros de la Figura 1, a nivel de zonas particulares,
- la Figura 3 muestra tres espectros de absorción registrados en el infrarrojo cercano, correspondientes a las tres composiciones minerales sintéticas mencionadas anteriormente,
- la Figura 4 muestra los difractogramas correspondientes al análisis por difracción de rayos X realizado sobre otras tres composiciones minerales sintéticas particulares y de acuerdo con la invención,
- la Figura 5 muestra los difractogramas comparativos entre una composición de talco sintético de escala nanométrica, preparada de acuerdo con la invención, y una muestra de talco natural, también de escala nanométrica, pero obtenida mediante molienda mecánica intensiva,
- las Figuras 6 y 7 son representaciones esquemáticas que ilustran respectivamente la organización cristalina de partículas de talco sintético obtenidas a partir de una composición de kerolitas, tras una conversión mediante tratamiento térmico anhidro de acuerdo con la invención, y la organización cristalina de partículas de kerolitas preparadas por una reacción de coprecipitación de acuerdo con la invención.

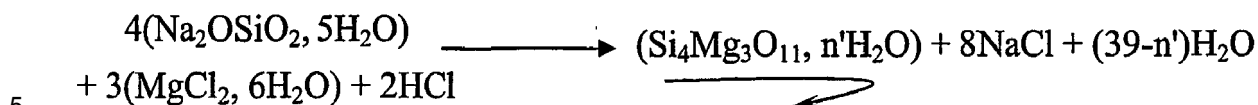
A/ - PROTOCOLO DE SÍNTESIS DE UNA COMPOSICIÓN DE TALCO SINTÉTICO

De acuerdo con la invención, la preparación de una composición de talco sintético consiste en un tratamiento térmico anhidro de una composición de kerolitas. Este tratamiento térmico anhidro se realiza a baja presión, inferior a 0,5 MPa (por ejemplo, a presión atmosférica) y a una temperatura superior a 300 °C.

Aunque la invención se centra esencialmente en este tratamiento térmico anhidro, a continuación también se describirá un modo preferido de preparación de un gel silicometalico así como un modo preferido de tratamiento de este gel en vista de la obtención de dicha composición de kerolitas. Un tratamiento térmico anhidro de acuerdo con la invención permite la conversión de una kerolita en un talco perfectamente cristalizado y térmicamente estable. La granulometría de este talco se puede determinar y ajustar en función de las características de la kerolitas de partida, y del procedimiento de preparación de esta kerolita.

1/ - Preparación del gel silicometalico

El gel silicometalico se prepara mediante una reacción de coprecipitación de acuerdo con la siguiente ecuación:



Esta reacción de coprecipitación permite obtener un gel silicometalico hidratado que tiene la estequiometría del talco (4 de Si por 3 de Mg). Se lleva a cabo a partir de:

1. Una solución acuosa de metasilicato de sodio penta-hidratado, preparada diluyendo 0,1 mol de metasilicato de sodio en 250 cm³ de agua destilada,
2. Una solución de cloruro de magnesio, preparada diluyendo 0,075 mol de cloruro de magnesio (en forma de cristales higroscópicos) en 50 cm³ de agua destilada, y
3. 50 cm³ de ácido clorhídrico 1 N.

La preparación del gel silicometalico se realiza con el siguiente protocolo:

1. Se mezclan soluciones de ácido clorhídrico y de cloruro de magnesio,
2. Se añade esta mezcla a la solución de metasilicato de sodio; se forma instantáneamente el gel de coprecipitación,
3. Se recupera el gel tras la centrifugación (7000 rpm durante 15 minutos) y la eliminación del sobrenadante (solución formada de cloruro sódico),
4. Se lava el gel con agua, por ejemplo, con agua destilada, osmotizada o simplemente con agua del grifo (con un mínimo de dos ciclos de lavado/centrifugación).

Al final de esta primera fase, se obtiene un gel silicometalico Si₄Mg₃O₁₁, n'H₂O, de color blanco y muy hidratado. Su consistencia es gelatinosa.

2/ - Tratamiento del gel silicometalico para obtener una composición de kerolitas

Antes de someter este gel silicometalico a un tratamiento hidrotérmico para obtener una composición de kerolitas dentro del alcance de la invención, este gel, de textura gelatinosa, se seca al horno a 60 °C durante dos días. Este tiempo de secado, relativamente prolongado, se explica por la gran hidratación del gel recogido tras la centrifugación.

Los agregados silicometalicos obtenidos se pulen con un mortero de ágata hasta obtener un polvo homogéneo.

Esta composición silicometalica pulverulenta a continuación se somete a un tratamiento hidrotérmico para obtener una composición de kerolitas. Para ello:

1. La composición silicometalica pulverulenta se pone en un reactor (autoclave) con agua destilada en una relación de líquido/sólido de 0,83 (por ejemplo, 200 g de composición pulverulenta por 166 cm³ de agua),
2. El reactor se pone en un horno a una temperatura del orden de 220 °C y durante un periodo de tratamiento de un día, o superior,
3. Al final de este tratamiento hidrotérmico, la sustancia sólida del medio de reacción se filtra y se seca.

Al final se obtiene una composición sólida dividida y de color blanco correspondiente a una composición de kerolitas dentro del alcance de la invención.

3/ - Tratamiento térmico anhidro de la composición de kerolitas

La composición de kerolitas preparada anteriormente a continuación se somete a un tratamiento térmico anhidro. Para ello, la composición se pone en un crisol de platino y se calienta. También se puede utilizar un crisol cerámico, o cualquier otro material adaptado a la temperatura de tratamiento. El calentamiento de dicha composición se realiza a presión atmosférica.

B/ - ANÁLISIS Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURALES DE LOS PRODUCTOS OBTENIDOS

Las estructuras cristalinas y lamelares de las partículas de kerolitas y de las partículas de talco obtenidas en el transcurso y al final de la realización del procedimiento definido anteriormente se caracterizan por espectroscopia infrarroja en transmisión y reflexión difusa, y por difracción de rayos X. Los datos recogidos se presentan en las Figuras 1, 2a, 2b, 3, 4 y 5, y se comentan a continuación.

1/ - Análisis de infrarrojos

En infrarrojos, se sabe que las bandas de vibración características del talco natural son las siguientes (con una

resolución de 4 cm^{-1}):

- 3678 cm^{-1} : vibración del enlace $\text{Mg}_3\text{-OH}$;
- 1018 cm^{-1} : vibración del enlace Si-O-Si ;
- 5 – 669 cm^{-1} : vibración del enlace Mg-O-Si ;
- 7185 cm^{-1} : vibración del enlace $2\nu\text{Mg}_3\text{-OH}$.

La Figura 1 presenta los resultados de los análisis realizados en el infrarrojo medio sobre:

- 10 – una composición de kerolitas (ker.) preparada de acuerdo con el método descrito anteriormente,
- una primera composición de talco sintético (Ts $300 \text{ }^\circ\text{C}$ -5 h) obtenida a partir de la composición anterior de kerolitas y con un tratamiento térmico anhidro de $300 \text{ }^\circ\text{C}$, durante un periodo de 5 h,
- una segunda composición de talco sintético (Ts $300 \text{ }^\circ\text{C}$ -5 h) obtenida a partir de la composición anterior de kerolitas y con un tratamiento térmico anhidro de $500 \text{ }^\circ\text{C}$, durante un periodo de 5 h.

15 La obtención de los espectros de infrarrojo se llevó a cabo con un espectrómetro Nicolet 510-FTIR en el espectro de 4000 a 400 cm^{-1} .

20 Además, las Figuras 2a y 2b muestran ampliaciones de las zonas donde se encuentran localizadas las bandas de vibración a 3678 cm^{-1} , 1018 cm^{-1} y 669 cm^{-1} .

También se realizaron mediciones en reflexión difusa en el infrarrojo cercano a fin de visualizar la vibración del enlace $\text{Mg}_3\text{-OH}$ indicada a 7185 cm^{-1} . La Figura 3 muestra una ampliación de la zona contenida entre 6000 cm^{-1} y 8000 cm^{-1} .

25 Estos resultados muestran que un tratamiento térmico anhidro puede permitir la transformación de una composición de kerolitas sintéticas en una composición de talco sintético. Esta transformación se traduce en particular en la aparición de cuatro bandas de vibración características del talco, en las que la finura refleja esencialmente la cristalinidad del mineral.

30 Los inventores también han constatado que la finura de estas cuatro bandas, y por tanto la cristalinidad del mineral tratado, aumenta progresivamente durante el transcurso del tratamiento térmico anhidro, y con la duración de este tratamiento (en las figuras no están representados todos los resultados).

35 Sin embargo cabe señalar que la ampliación de la zona comprendida entre 6000 cm^{-1} y 8000 cm^{-1} (Figura 3) genera un pico a 7265 cm^{-1} , próximo al pico a 7185 cm^{-1} de referencia. La presencia de este enlace se traduce en una ligera hidratación del producto obtenido. Entre las láminas del talco se intercalan moléculas de agua.

40 Los análisis anteriores confirman que un tratamiento térmico anhidro, en particular a $300 \text{ }^\circ\text{C}$ o a $500 \text{ }^\circ\text{C}$, permite transformar una composición de kerolitas en una composición de talco. Sin embargo, con un tratamiento térmico anhidro realizado a una temperatura del orden de sólo $300 \text{ }^\circ\text{C}$, la obtención de un grado de hidratación similar al del talco natural es prolongada.

45 Por contra, con un tratamiento térmico anhidro a una temperatura del orden de $500 \text{ }^\circ\text{C}$, la composición mineral tratada adquiere una cristalinidad y un grado de hidratación muy comparable a los de un talco natural en un tiempo relativamente corto (de 5 h de tratamiento aproximadamente).

2/ - Análisis de difracción de rayos X

50 En difracción de rayos X se sabe que el talco natural presenta cuatro picos de difracción característicos:

- para el plano (001), un pico que se encuentra a una distancia de $9,35 \text{ \AA}$;
- para el plano (020), un pico que se encuentra a $4,55 \text{ \AA}$;
- para el plano (003), un pico que se encuentra a $3,14 \text{ \AA}$;
- 55 – para el plano (060), un pico que se encuentra a $1,52 \text{ \AA}$.

La Figura 4 presenta los resultados de los análisis realizados sobre:

- 60 – una composición de kerolitas (ker.) preparada de acuerdo con el método de coprecipitación descrito anteriormente,
- una primera composición de talco sintético (Ts $300 \text{ }^\circ\text{C}$) obtenida a partir de la composición anterior de kerolitas y con un tratamiento térmico anhidro de $300 \text{ }^\circ\text{C}$, durante un periodo de 5 h,
- una segunda composición de talco sintético (Ts $550 \text{ }^\circ\text{C}$) obtenida a partir de la composición anterior de kerolitas y con un tratamiento térmico anhidro de $550 \text{ }^\circ\text{C}$, durante un periodo de 5 h.

65 Los difractogramas, presentes en la Figura 4, se realizaron sobre un aparato XPERT-MPD PanAnalytical.

El paso de medición 2θ es de $0,01^\circ$ con un tiempo de acumulación de 2 s/paso. La tensión de aceleración es de 40 kV, la intensidad es de 55 mA. La relación de Bragg que proporciona la equidistancia estructural es de $d_{hkl} = 0,7703/\text{sen } \theta$.

5 Estos análisis confirman lo que se ha observado en espectroscopia infrarroja.

Los picos característicos del talco se intensifican con un tratamiento térmico anhidro tanto a 550°C como a 300°C , y esta intensidad aumenta con la duración del tratamiento.

10 Después de sólo 5 h de tratamiento térmico anhidro a 550°C , los picos de difracción característicos del talco se afinan. En particular, el pico de difracción correspondiente al plano (001) pasa de una posición de $9,64 \text{ \AA}$ a $9,50 \text{ \AA}$; se acerca enormemente al valor de $9,35 \text{ \AA}$ característico del talco natural. Esta diferencia en los valores refleja una hidratación residual muy ligera del talco sintético y/o un tamaño muy pequeño de las partículas (tamaño nanométrico). No obstante, cabe señalar que la hidratación cada vez es menos pronunciada a medida que se incrementa la duración del tratamiento térmico anhidro.

15 Una medida de la anchura a media altura de los picos de los planos (001), (020), (003) y (060) muestra la evolución de la cristalinidad y confirma que, para una temperatura de tratamiento superior a 300°C , cuanto más aumenta el tiempo de síntesis, mejor es la cristalinidad del talco (la anchura a media altura disminuye con el tiempo de tratamiento).

20 Los difractogramas presentados en la Figura 4 también revelan la presencia de picos de difracción característicos del cloruro sódico (NaCl). La presencia de estos picos se traduce en un lavado y un aclarado insuficientes del gel silicometalico antes del tratamiento hidrotérmico. En este caso, las tres composiciones analizadas se han preparado con sólo un ciclo de lavado del gel silicometalico.

25 La Figura 5 presenta, para su comparación, un difractograma RX de una muestra de talco sintético (talco sin.) de acuerdo con la invención, en la que las partículas de talco son de escala nanométrica, comprendida entre 20 y 100 nm, y de una muestra de talco natural (talco nat.) de la técnica anterior molida mecánicamente hasta obtener partículas que tienen una granulometría del orden de 70-120 nm.

Una primera diferencia entre el talco natural y el talco sintético aparece en la posición de los picos de difracción correspondientes a los planos (001) y (003):

- 35
- para el plano (001): $9,43 \text{ \AA}$ para el talco sintético, en lugar de $9,36 \text{ \AA}$ para el talco natural;
 - para el plano (003): $3,16 \text{ \AA}$ para el talco sintético, en lugar de $3,12 \text{ \AA}$ para el talco natural.

40 El talco natural (talco nat.) nanométrico también difiere del talco sintético (talco sin) por una intensidad de estos picos de difracción mucho más débil.

45 Además, en comparación con el talco sintético de tamaño nanométrico preparado de acuerdo con la invención, el talco nanométrico natural presenta picos de difracción con anchuras a media altura más grandes (para una misma preparación y un tiempo de recuento idéntico). Estos datos se traducen en una mejora de la cristalinidad para el talco sintético nanométrico preparado de acuerdo con la invención. La molienda intensiva de un talco natural para obtener un talco de tamaño nanométrico entraña una amorfización considerable del producto.

C/ - ESTRUCTURA TEÓRICA DE LAS PARTÍCULAS DE KEROLITAS SINTÉTICAS OBTENIDAS DE ACUERDO CON LA INVENCION

50 En referencia a las Figuras 6 y 7 que presentan de forma esquemática las estructuras estratificadas y cristalinas, el talco y la kerolita tienen una organización higroscópica en láminas elementales 1 superpuestas, cuyo número varía de varias unidades a varias decenas de unidades.

55 Tanto para el talco como para la kerolita, la estructura cristalina de las láminas elementales 1 está constituida por la asociación de dos capas tetraédricas situadas a cada lado de una capa octaédrica.

60 La capa octaédrica está formada de dos planos de iones de O^{2-} y OH^- (en una relación molar $\text{O}^{2-}/\text{OH}^-$ de 2:1). Sobre cada una de las caras de esta capa media hay dispuestas redes tridimensionales de tetraedros 3 en los que uno de los vértices está ocupado por un oxígeno común a la capa tetraédrica y a la capa octaédrica, mientras que los otros tres están ocupados por oxígenos esencialmente coplanares que pertenecen a una capa tetraédrica.

En el caso representado, que se refiere a talcos sintéticos y kerolitas preparados de acuerdo con la invención, las cavidades tetraédricas están ocupadas por iones Si^{4+} y las cavidades octaédricas están ocupadas por cationes Mg^{2+} .

65 A diferencia del talco, la red cristalina de una kerolita presenta vacíos 5; una pequeña proporción de los sitios octaédricos no está ocupada. Esto da lugar a un déficit catiónico. Este déficit catiónico es rellenado en gran parte por

la presencia de cationes, los denominados cationes compensadores, que ocupan los espacios interfoliares 2. Estos espacios interfoliares 2, muy hidratados, también constituyen una característica distintiva de la estructura cristalina de las kerolitas en comparación con la de los talcos puros.

5 Estos vacíos 5 explican la debilidad cristalina observada en particular sobre los difractogramas RX.

10 Los ensayos de tratamiento térmico anhidro de las composiciones de kerolitas sintéticas de acuerdo con la invención han mostrado una conversión de estas composiciones en composiciones de talco sintético. En particular, se observa un afinamiento progresivo de los picos de difracción característicos a nivel de los planos (001), (020), (003) y (060) que se traduce en una mejora de la cristalinidad de las láminas 1. Gradualmente, los vacíos 5 son rellenados por los cationes de los espacios interfoliares 2. Y de forma simultánea, los espacios interfoliares se reducen (pasando de 12 Å a valores del orden de 9,4-9,6 Å); en el plano (001), el pico de difracción característico se aproxima a la distancia de 9,35 Å, característica de un talco natural.

15

20

25

30

35

40

45

50

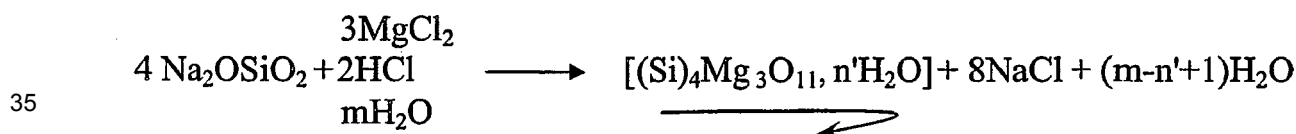
55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de una composición de talco sintético, en la que una composición de kerolitas se somete a un tratamiento térmico anhidro realizado a una presión inferior a 0,5 MPa, durante un periodo y con una temperatura de tratamiento superior a 300 °C, seleccionadas de manera que se obtengan partículas de talco sintético térmicamente estables y de fórmula $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** dicho tratamiento térmico anhidro se realiza a una temperatura del orden de 500-550 °C.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado por que** la duración del tratamiento es superior a 5 h.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** dicho tratamiento térmico anhidro se realiza al aire ambiente, en el interior de un crisol.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** se realiza una molienda mecánica de dicha composición de talco sintético para obtener una composición pulverulenta.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5 **caracterizado por que** dicha composición de kerolitas se prepara a partir de un gel silicometalico de fórmula $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{11,n}\text{H}_2\text{O}$, que se ha sometido a tratamiento hidrotérmico a presión de saturación de vapor de agua, a una temperatura comprendida entre 100 °C y 240 °C durante un periodo de un día a varios meses.
7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado por que** dicha composición de kerolitas se somete al tratamiento térmico anhidro después de haberla secado y haberla molido para obtener una composición pulverulenta.
8. Procedimiento de acuerdo con una de la reivindicación 6 o 7, **caracterizado por que** dicho gel silicometalico se prepara por coprecipitación de acuerdo con la reacción:



con m, n' y (m-n'+1) que son números enteros positivos.

9. Composición de talco sintético que comprende partículas de talco de fórmula $\text{Si}_4\text{Mg}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2$; dicha composición que se **caracteriza por que** un análisis por difracción de rayos X de dichas partículas de talco da lugar a la obtención de un difractograma que presenta los siguientes picos de difracción característicos:
- un pico situado a 9,40-9,68 Å, correspondiente a un plano (001);
 - un pico situado a 4,50-4,60 Å, correspondiente a un plano (020);
 - un pico situado a 3,10-3,20 Å, correspondiente a un plano (003);
 - un pico situado a 1,50-1,55 Å, correspondiente a un plano (060).
10. Composición de acuerdo con la reivindicación 9, **caracterizada por que** el pico de difracción correspondiente al plano (001) se encuentra a una distancia del orden de 9,40-9,43 Å.
11. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 o 10, **caracterizada por que** dichas partículas de talco tienen una granulometría inferior a 500 nm.
12. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 a 11, **caracterizada por que** dichas partículas de talco tienen una granulometría comprendida entre 20 nm y 100 nm.
13. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 a 12, **caracterizada por que** dichas partículas de talco están presentes en forma individualizada y pulverulenta.
14. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 al 13, **caracterizada por que** dichas partículas de talco están presentes en forma individualizada y dispersa en un líquido.
15. Composición de acuerdo con una de las reivindicaciones 9 a 14, **caracterizada por que** dichas partículas de talco están presentes en forma de aglomerado entre sí y forman agregados.

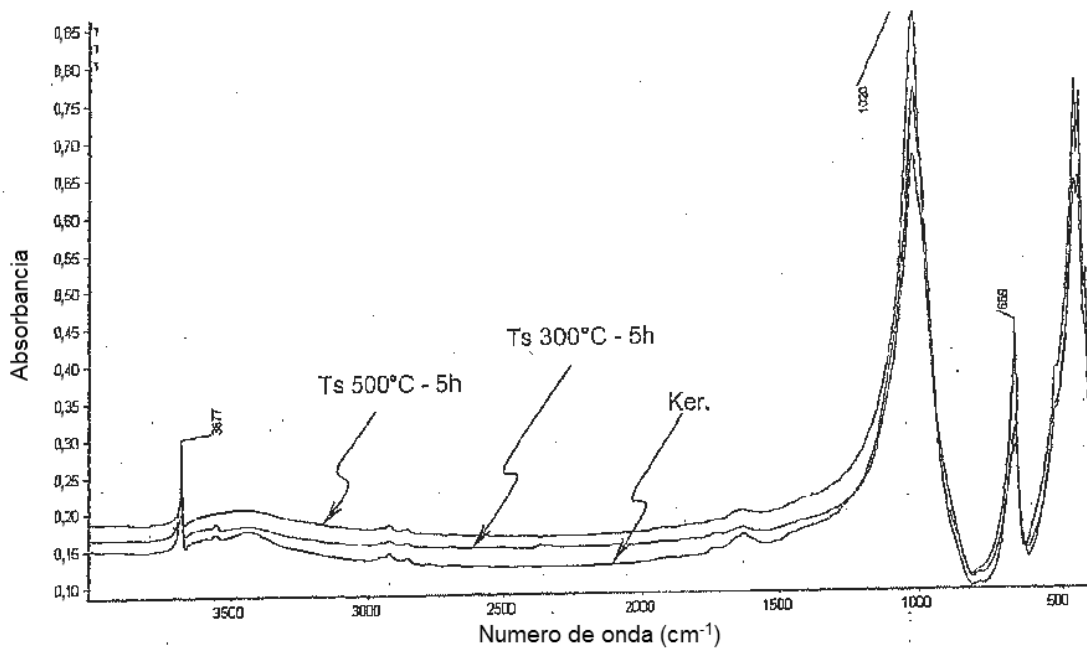


Figura 1

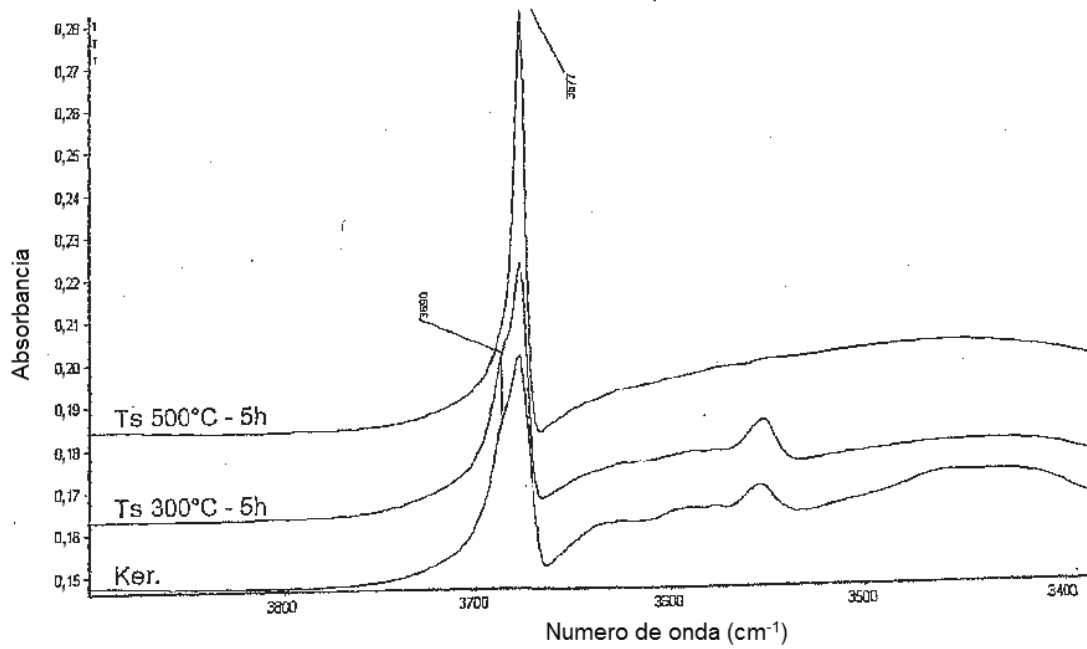


Figura 2a

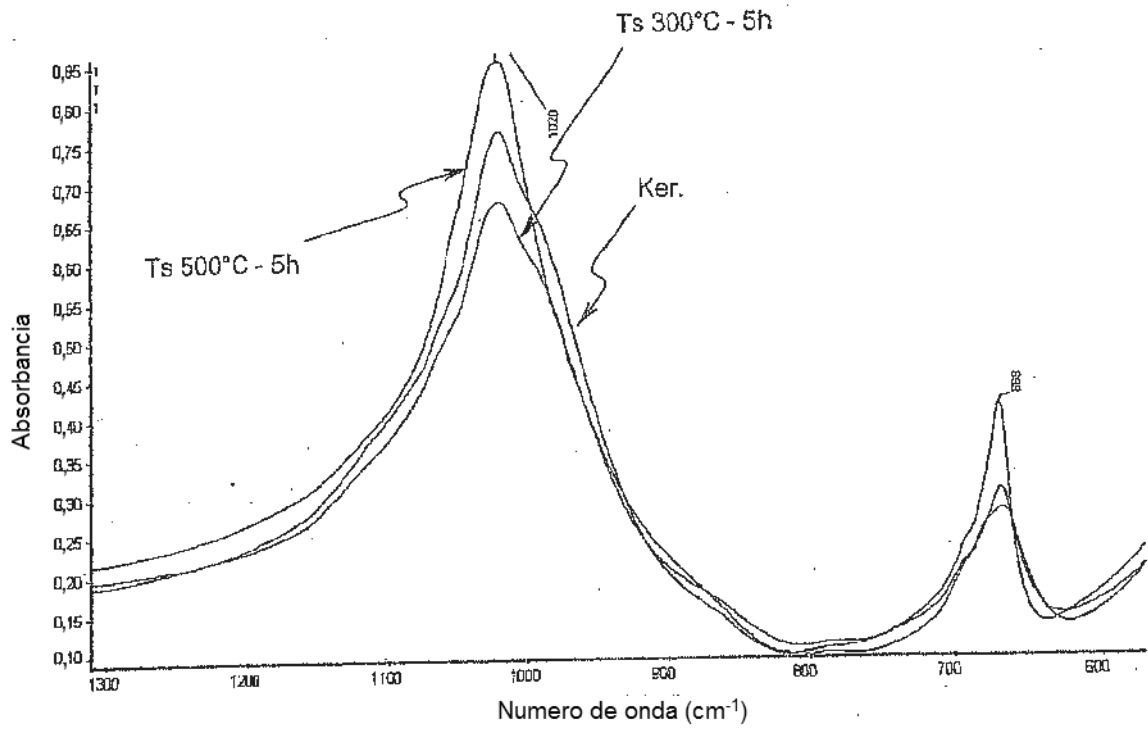


Figura 2b

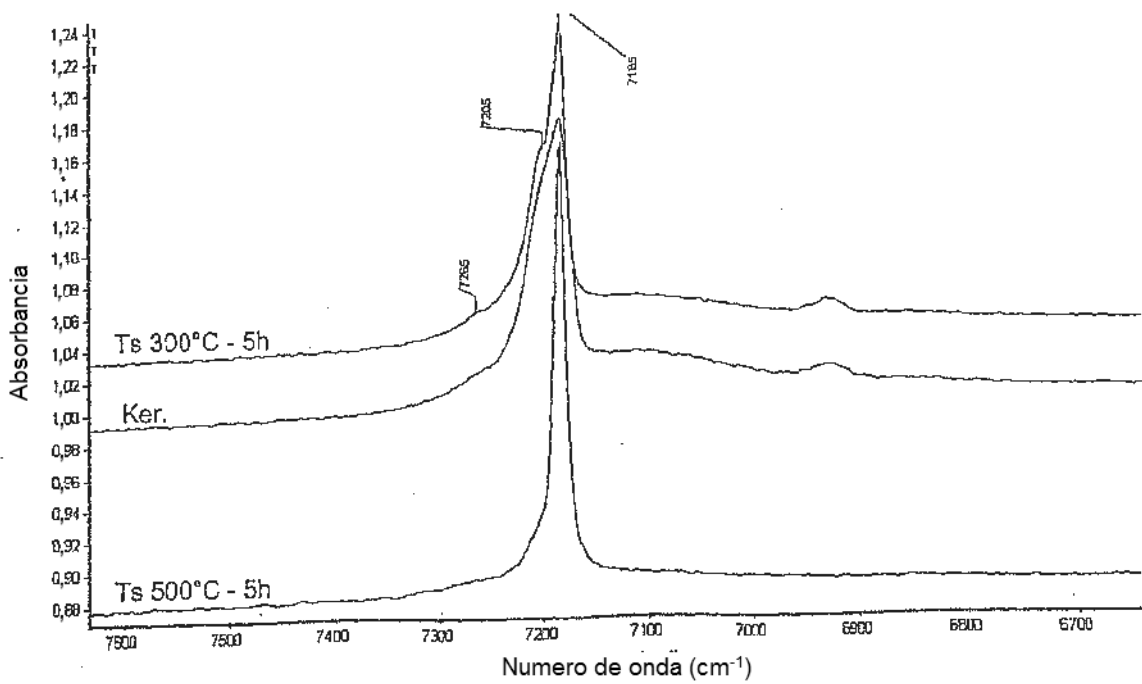


Figura 3

Figura 4

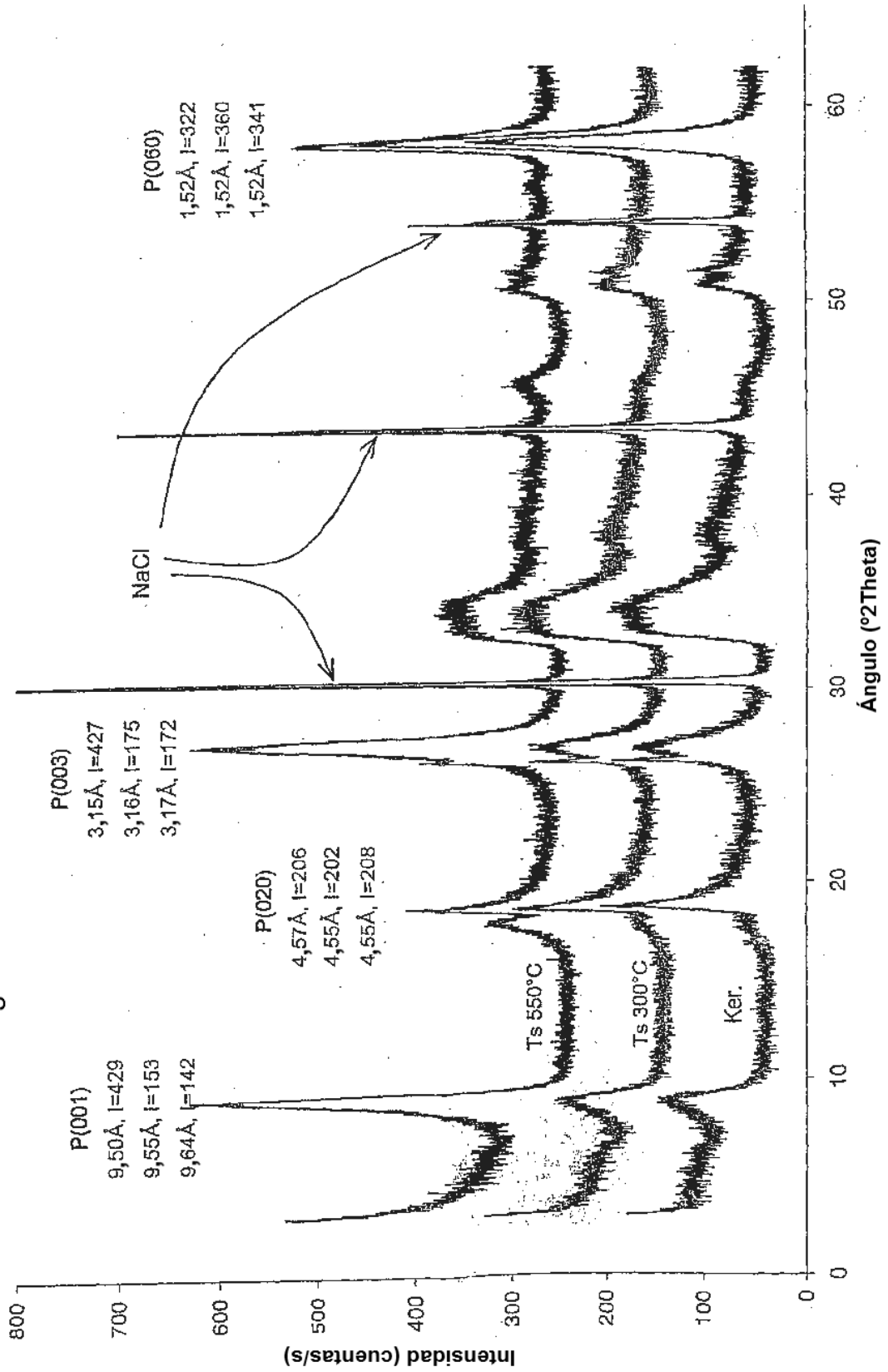


Figura 5

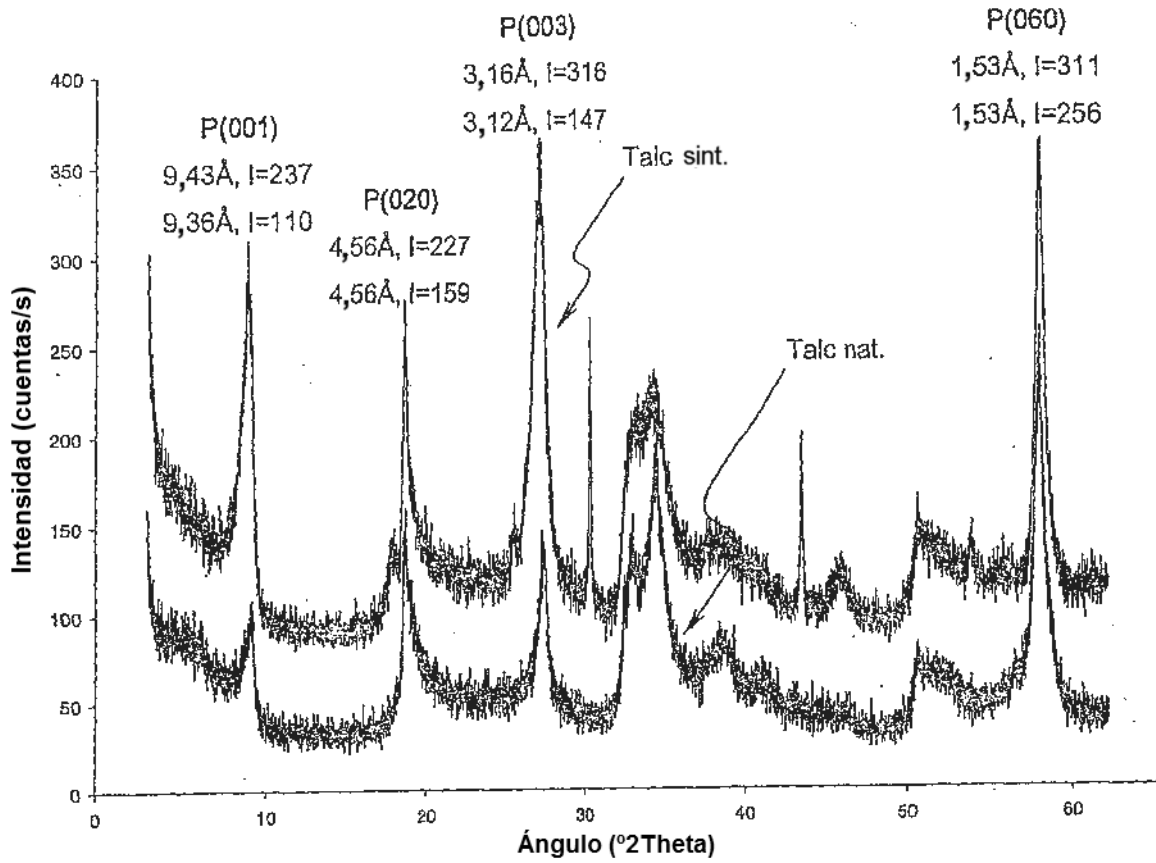


Figura 6

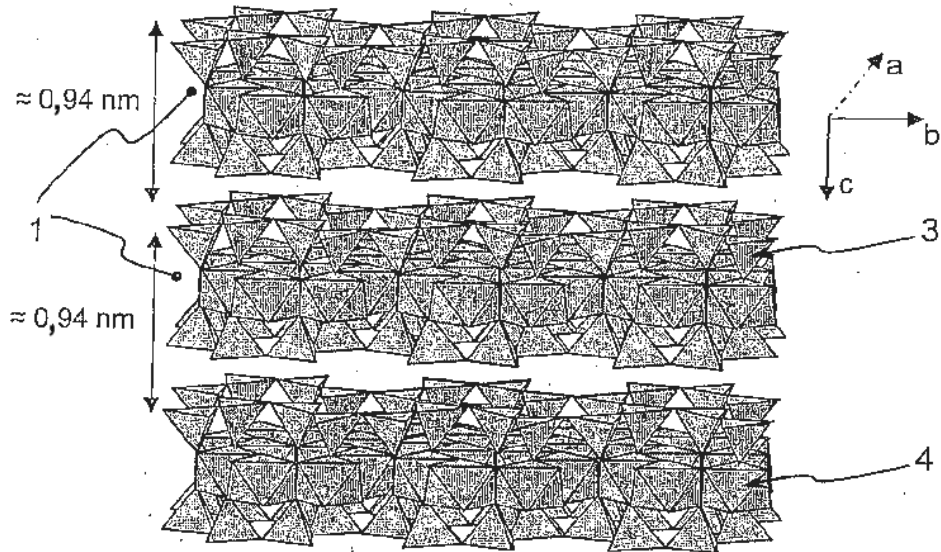


Figura 7

