

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 643 316**

51 Int. Cl.:

B02C 19/00 (2006.01)

C02F 1/00 (2006.01)

C09C 1/02 (2006.01)

C09C 3/04 (2006.01)

C09D 5/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.05.2008 PCT/EP2008/056483**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.12.2008 WO08148666**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.05.2008 E 08760081 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.07.2017 EP 2152426**

54 Título: **Tratamiento de talco en un disolvente**

30 Prioridad:

08.06.2007 EP 07109909

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

22.11.2017

73 Titular/es:

MONDO MINERALS B.V. (100.0%)

KAJUITWEG 8

1041 AR AMSTERDAM, NL

72 Inventor/es:

GANE, PATRICK A.C.;

GANTENBEIN, DANIEL y

SCHOELKOPF, JOACHIM

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 643 316 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

Tratamiento de talco en un disolvente

La presente invención se refiere a un proceso para tratar talco en un disolvente.

5 El talco es un mineral de silicato de magnesio común que tiene la fórmula química $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$. Se produce como masas laminadas que tienen una exfoliación basal extraordinaria, las láminas resultantes no son elásticas, aunque son ligeramente flexibles. Es seccionable y muy suave, con una dureza de 1, de manera que es el más suave en la escala de Mohs de dureza de los minerales.

10 Debido a su carácter hidrófobo y propiedades de adsorción muy buenas en relación con sustancias orgánicas, el talco es muy útil en diversas industrias, p. ej., en la producción de cerámicas, como un lubricante o carga, p. ej., en la industria de plásticos y papel, como vehículo en preparaciones farmacéuticas o cosméticas y mucho más.

15 La estructura de sándwich o laminar del talco tiene un papel importante en la mayoría de estas aplicaciones, la cual proporciona, tras la deslaminación, una gran área superficial activa. El espesor de un «sándwich» simple de capa de magnesio-oxígeno/hidroxilo octaédrica entre dos capas de silicio-oxígeno tetraédricas es de alrededor de 1 nm. Las partículas de talco individuales no tratadas generalmente contienen varios cientos de dichos sándwiches. El tamaño de dichas partículas con múltiples sándwiches puede superar los 100 μm y determina la lamelaridad del talco. Un talco macrocristalino con lamelaridad elevada tiene grandes laminillas individuales, mientras que las laminillas del talco microcristalino compacto son mucho más pequeñas. Mediante la deslaminación de estos sándwiches se puede agrandar, en consecuencia, el área superficial activa del talco de forma significativa.

20 La deslaminación de filosilicatos tales como el talco se conoce hace mucho tiempo y normalmente se lleva a cabo mediante fractura, p. ej., trituración.

25 En WO 98/45374 se describe un proceso para tratar un mineral de tipo lamelar que consiste en talco en forma de partículas que consisten en pilas de láminas elementales, con el objetivo de obtener un carga funcional en forma de polvo para un material polimérico, que combina una distribución de tamaño de partícula fina del tipo predefinido y una lamelaridad elevada, el método comprende 5 etapas: (a) suspender el mineral que tiene un tamaño de partícula inicial con un diámetro medio d_{50} mayor que 5 micrones en un líquido; (b) someter la suspensión a una operación de deslaminación mediante trituración en húmedo para producir una separación de las láminas de las partículas y para obtener un tamaño de partícula menor que el tamaño de partícula inicial; (c) a continuación, someter la suspensión a una operación de selección, para eliminar las partículas con un tamaño mayor que un tamaño predeterminado; (d) secar la suspensión; y (e) tratar las partículas de mineral para limitar la formación de enlaces fuertes irreversibles entre ellas. Por lo tanto, no solo se necesita una etapa de selección, según WO 98/45374, que se lleva a cabo en un selector de turbina (centrifugación de la suspensión en una turbina que se proporciona con ranuras de selección) o en un hidrociclón (creación de un torbellino para la separación y selección) o en una centrífuga con un tornillo de extracción continuo (centrifugación de la suspensión en un contenedor y separación mediante tornillo de extracción). Además, hay etapas esenciales adicionales que son obligatorias como las etapas d) y e), es decir, secar la suspensión y someter el polvo resultante a un tratamiento especial en el proceso de WO 98/45374 para obtener el producto deseado. En consecuencia, el método que se describe en este documento requiere un procedimiento de 5 etapas que lleva mucho tiempo e implica equipos que requieren considerable mantenimiento y rechazos.

40 En el documento US 3.039.703 se describe un método para reducir el tamaño de partícula, que comprende empujar una suspensión líquida de dichas partículas con presión contra un lecho de dichas partículas en una cavidad en la cara de una válvula. Más específicamente, este documento describe un aparato mejorado para reducir el tamaño de partícula de minerales lamelares tales como el talco y una válvula mejorada que se utiliza en el mismo.

45 El documento US 3.307.790 describe un método de flotación por espuma y un método y aparato para acondicionar y deslaminar simultáneamente de forma selectiva partículas de mineral laminar tales como talco o mica en una pasta de dichas partículas de mineral para retirar las impurezas entre capas de dichas partículas laminares y exponer superficies nuevas del mineral laminar para que hagan contacto con los reactivos de flotación y burbujas y producir, de esta forma, a través de flotación por espuma una separación mejor de dichos minerales laminares de la pasta a una pureza elevada.

50 El documento US 4.391.734 describe un método para tratar un mineral filosilicato en el que una suspensión de partículas de filosilicato en un líquido orgánico que tiene una constante dieléctrica menor que 35 se somete a una etapa de trituración.

El documento WO 2007/024252 describe un método para proporcionar una suspensión de nanotalco dispersada, dicho método comprende moler en seco un polvo de talco, mezclar el polvo molido con un disolvente orgánico y moler en húmedo la suspensión.

55 Para muchas aplicaciones, se desea que los productos a los que se aplica el talco deslaminado tengan propiedades ópticas beneficiosas tales como brillo elevado. La propiedad física «brillo» es una medida de la reflectancia de un material. Las hojas que tienen brillo bajo parecen amarillas, mientras que las que tienen brillo elevado parecen

blancas. Para papeles de calidad para fotografía, el brillo representa una propiedad óptica clave que es importante para el contraste de la impresión. Cuando más elevado sea el brillo, más elevado será el contraste entre el papel y la imagen impresa. El brillo no es solo relevante para el papel de calidad para fotografía, sino que para la producción de papel en general, así como para pinturas y materiales plásticos.

- 5 Por lo tanto, además de las propiedades de adsorción beneficiosas, el talco deslaminado, que se utiliza como carga para el papel, plásticos o pinturas, debe tener brillo elevado. El brillo se puede aumentar al aumentar el coeficiente de difusión del material. El coeficiente de difusión depende de la cantidad de centros de difusión presentes, la relación entre el diámetro de partícula y la longitud de onda de la luz, la relación entre los índices de refracción de las partículas y el medio circundante, o la forma de la partícula.
- 10 En general, el brillo del talco se altera por la presencia de impurezas. Por lo tanto, para mejorar el brillo, se debe reducir la cantidad de impurezas que están presentes en el talco. Sin embargo, las etapas adicionales de proceso para la extracción de impurezas tienen un impacto perjudicial sobre la eficacia operativa. Alternativamente, el talco de dichos depósitos se podría utilizar dado que proporciona el mineral con pureza elevada. Sin embargo, la restricción a talco de depósitos específicos perjudica la flexibilidad de la operación.
- 15 Además, se ha percibido que los procesos de trituración convencionales de la técnica anterior para la deslaminación del talco, en especial, aquellos que utilizan un medio de trituración acuoso, normalmente resultan en una disminución del brillo. Según la teoría de la difusión, una posible estrategia para compensar o incluso revertir el efecto negativo de la deslaminación sobre el brillo podría ser una reducción del tamaño de partícula medio. Sin embargo, si se utiliza talco de baja pureza, una reducción en el tamaño de partícula no puede compensar la
- 20 disminución en el brillo que resulta de la etapa de deslaminación. En cambio, dependiendo de las condiciones del proceso específicas, se podría observar incluso una disminución adicional en el brillo.

Asimismo, si se necesita una etapa adicional de proceso en la que el tamaño de partícula se ajusta hasta un intervalo que compensa la caída en el brillo debido a la etapa de deslaminación, se reduce la eficacia operativa.

- 25 Por consiguiente, un objeto de la presente invención es proporcionar un proceso de tratamiento para el talco simple, con operación fácil para aumentar su área superficial específica, dicho proceso se puede aplicar a talco de «baja pureza» (es decir, un talco no purificado que todavía comprende cantidades significativas de las impurezas que tienen un impacto perjudicial en las propiedades ópticas) y, sin embargo, al menos mantiene o incluso mejora el brillo del talco resultante.

- 30 El objeto señalado anteriormente se soluciona mediante un proceso para el tratamiento del talco según se indica en las reivindicaciones adjuntas.

El presente proceso comprende las etapas de:

- (a) proporcionar un talco que tiene un primer valor de brillo B1, medido según ISO 2469, y formar una suspensión del talco en una fase líquida, la fase líquida de la suspensión comprende al menos un disolvente orgánico,
- (b) deslaminar y/o reducir el tamaño de partícula medio ponderado d_{50} del talco,
- 35 en el que el talco tratado tiene un valor de brillo B2, medido según ISO 2469, y $B2 \geq B1$.

En general, los depósitos de talco resultan de la transformación de rocas existentes mediante fluidos hidrotérmicos que llevan uno o varios de los componentes necesarios para formar el mineral (MgO, SiO₂, CO₂)

- 40 En la formación de depósitos de talco, la tectónica tiene un papel fundamental. Permite que los fluidos hidrotérmicos penetren la roca y crea microporabilidad que facilita las reacciones. La forma y tamaño de los depósitos de talco depende de la intensidad de la actividad hidrotérmica, que corresponde al clima de un metamorfismo a temperatura baja a media.

La actividad simultánea de la presión y la deformación permite la transformación. Las relaciones entre presión y deformación determinan la cristalinidad del depósito de mena de talco.

- 45 Los depósitos de talco difieren según la roca primaria de la cual derivaron. Cada mena tiene su propia firma geológica que se formó hace muchos millones de años atrás. Como mena natural, el talco siempre se encuentra en combinación con al menos un mineral adicional, tal como clorita, dolomita y magnesita, anfíbol, biotita, olivino, piroxeno, cuarzo y serpentina.

Existen cuatro categorías de depósitos principales que difieren en:

- su composición mineralógica
- 50 - su color, que se mide en relación con su blancura o brillo
- su estructura cristalina, que es laminar o compacta.

Por consiguiente, se pueden distinguir los siguientes grupos principales de menas:

- 5 1. Menas de carbonato de magnesio: el talco se produce a través de la transformación de carbonatos (dolomita y magnesita) en presencia de sílice. Los carbonatos fijan el magnesio en el lugar, que se necesita para formar el mineral mientras que la sílice se proporciona mediante circulación hidrotérmica. Esta reacción resulta en talco que es mineralógicamente puro o asociado con minerales tales como carbonatos, cuarzo y clorita. Los depósitos en este filón proporcionan las menas de talco más blancas y puras. Los ejemplos de este tipo de depósitos son Yellowstone (Montana, EE. UU.), Respina (España), Three Springs (Australia) y Haicheng (China).
- 10 2. Menas derivadas de serpentina: el talco se produce a través de la transformación de serpentina en una mezcla de talco y carbonato de magnesio. Esta mena se denomina comúnmente «esteatita». Nunca es pura y siempre es gris. Cuando se utiliza como mineral industrial, a menudo se mejora su calidad mediante flotación para aumentar el contenido de talco y la blancura. Este tipo de depósito es relativamente común y está ampliamente distribuido a lo largo de cinturones rocosos ultramáficos. El término máfico es una abreviatura para los términos magnesio e hierro. Las rocas ultramáficas son rocas eruptivas con un contenido de sílice menor que 45 %p., generalmente más de 18 %p. de óxido de magnesio y un elevado contenido de óxido de hierro. Los depósitos que pertenecen a esta categoría actualmente se explotan en Vermont (EE. UU.), Quebec y Ontario (Canadá) y Sotkamo (Finlandia).
- 15 3. Menas derivadas de silíceo: el talco resulta de la transformación de rocas silíceas que proporcionan la sílice necesaria para la formación de los minerales. Se puede formar clorita además de talco, la mena resultante es una mezcla de ambos. Esta variante de depósito se puede encontrar en asociación con el tipo derivado de carbonato de magnesio, por ejemplo, en los Pirineos franceses (Francia).
- 20 4. Menas derivadas de depósito sedimentario de magnesio: aunque esta forma se puede encontrar en concentraciones elevadas, las menas de talco siempre se encuentran con impurezas tales como cuarzo, arcilla, materiales orgánicos e hidróxidos de hierro.

Para la presente invención, se puede utilizar cualquiera de estos cuatro tipos de menas de talco y combinaciones de estas. Se prefieren las menas derivadas de serpentina (Finlandia).

- 25 También pueden ser útiles en la presente invención los talcos de Alemania, Florencia (Italia), Tirol (Austria), Shetland (Escocia), Transvaal (Sudáfrica), los Apalaches, California y Texas (EE. UU.).

El talco proporcionado en la etapa (a) del proceso de la presente invención se selecciona del grupo que consiste en menas de carbonato de magnesio, menas derivadas de serpentina, menas silíceas o mezclas de estas. Preferiblemente, el talco proporcionado en la etapa (a) es talco de Sotkamo (Finlandia).

- 30 El talco proporcionado en la etapa (a) puede incluir impurezas seleccionadas del grupo que consiste en sulfuro de hierro, carbono o cualquier mezcla de estos.

El talco proporcionado en la etapa (a) puede tener un brillo de 80,0 % o menos, más preferiblemente 78,0 % o menos, incluso más preferiblemente 76,0 % o menos, y lo más preferiblemente 74,0 % o menos, medido según ISO 2469.

- 35 El talco proporcionado en la etapa (a) puede tener una pureza de 99 %p. o menos, más preferiblemente 98 %p. o menos, incluso más preferiblemente 95 %p. o menos. En realizaciones preferidas, la pureza del talco proporcionado en la etapa (a) está en el intervalo de 50 a 99 %p., más preferiblemente 60 a 97 %p. e incluso más preferiblemente 90 a 96 %p.

- 40 La composición y pureza de los talcos se analizaron mediante fluorescencia de rayos X (XRF, por sus siglas en inglés) (ARL 9400 Sequential XRF) y difracción de rayos X (XRD, por sus siglas en inglés) (a partir de difracción de 5-100° 2theta Bragg utilizando un sistema Bruker AXS D8 Advanced XRD con radiación CuK α , ranuras de divergencia automatizada y un detector sensible a la posición lineal. La corriente del tubo y el voltaje fueron 50 mA y 35 kV, respectivamente: el valor de incremento fue 0,02° 2theta y el tiempo de recuento 0,5 s · incremento⁻¹).

- 45 Las partículas de talco proporcionadas en la etapa (a) tienen un tamaño de partícula medio ponderado d_{50} de 5 a 70 μm , preferiblemente 10 a 60 μm , más preferiblemente 15 a 40 μm , específicamente 20 a 30 μm .

- 50 El tamaño de partícula d_{50} es el valor medio ponderado, que divide la curva de distribución de masa en dos regiones de igual volumen o peso, de manera que el 50 % en volumen o peso de la población de partículas tiene un diámetro por encima del valor d_{50} y el 50 % en volumen o peso de la población de partículas tiene un diámetro por debajo del valor d_{50} . La distribución de tamaño de partícula que proporciona el valor d_{50} se puede determinar mediante cualquier método y equipo que sea adecuado para este fin. A los efectos de la presente invención, se determinó mediante el método Malvern en relación con el % en volumen.

Para el método Malvern, se puede utilizar un MasterSizer S (3\$\$\$D Presentation (Fraunhofer)), que es un analizador de tamaño de partícula modular basado en el análisis de tamaño de partícula por difusión láser. El analizador Malvern Mastersizer S se configura para proporcionar un valor d_x que representa el tamaño de partícula en el que x

5 por ciento del volumen de las partículas es menor que este valor. Puede medir el tamaño de gota de pulverización, así como muestras en húmedo y seco. Este método también permite la determinación de la distribución de tamaño de partícula de productos en polvo y suspensión, respectivamente, en el intervalo de 0,05 a 900 μm por medio de difusión y difracción de láser. A los efectos de la presente invención, la distribución de tamaño de partícula se lleva a cabo por medio de una luz láser (He-Ne), en la que la medición se puede ejecutar en seco y/o húmedo, con dos equipos de automatización diferentes, el espectro se cubre mediante dos lentes ópticas, una lente 300 P para la medición en seco de productos en polvo en el intervalo de 0,5 a 900 μm , y una lente 300 RP para medición en húmedo de productos en suspensión y polvo en el intervalo de 0,05 a 900 μm , respectivamente.

10 El área superficial específica (SSA, por sus siglas en inglés) del talco de partida proporcionado en la etapa (a) puede ser entre 30 y 0,01 m^2/g , preferiblemente entre 18 m^2/g y 1 m^2/g , más preferiblemente, entre 12 m^2/g y 2 m^2/g , especialmente entre 2 y 5 m^2/g .

15 A los efectos de la presente invención, el SSA se define como el área superficial total por unidad de masa y se determina mediante el método de sorción BET según ISO 9277. El SSA se puede medir mediante cualquier equipo adecuado para determinar el SSA. Por ejemplo, se puede utilizar un analizador de área superficial y porosimetría TriStar 3000 (Micromeritics®), opcionalmente con un sistema de preparación de muestras tal como el sistema SmartPrep, un sistema completamente automático de preparación de muestras y desgasificación (Micromeritics®).

Preferiblemente, el contenido de talco de la suspensión está dentro del intervalo de 5 a 25 %p., más preferiblemente 5 a 20 %p., incluso más preferiblemente 7 a 15 %p., basado en el peso total de la suspensión.

20 Dentro del contexto de la presente invención, el término «suspensión» hace referencia a una mezcla de dos sustancias, uno de las cuales es un líquido, la otra es un sólido finamente dividido dispersado en el líquido. Las partículas suspendidas se depositarán con el tiempo si no se tocan.

Según la presente invención, la fase líquida de la suspensión comprende al menos un disolvente orgánico.

25 Se describen disolventes orgánicos seleccionados del grupo que consiste en hidrocarburos, tales como alcanos, por ejemplo, alcanos de C_5 a C_{20} , preferiblemente, alcanos de C_5 a C_{16} , más preferiblemente, alcanos de C_5 a C_{12} , cicloalcanos tales como ciclohexano, compuestos aromáticos tales como benceno o bencenos sustituidos con alquilo, tales como tolueno, alcoholes tales como alcoholes de C_1 a C_8 , por ejemplo, metanol, etanol, propanol, butanol o hexanol, ésteres de ácido carbónico tales como etanoato de etilo, benzoato de etilo, pentanoato de metilo, éteres tales como dietiléter, terc.-butilmetil éter, dioxano, furano, ácidos carbónicos tales como ácido acético, ácido propiónico, ácido fórmico, ácido butírico, ácido isopentilo, hidrocarburos halogenados, tales como diclorometano, triclorometano, tetraclorometano, 1,1,2,2-Tetracloretano, clorobenceno, bromometano, yodometano, dibromometano, derivados de glicol, grasas, cera, amidas, tales como dimetilformamida, acetamida, aminas tales como trietilamina, anilina, aldehídos, tales como formaldehído, acetaldehído, cetonas, tales como acetona, butanona, ciclohexanona, acetofenona, sulfóxidos, tales como dimetilsulfóxido (DMSO), líquidos iónicos tales como nitrato de etil amonio; o cualquier mezcla de los disolventes orgánicos mencionados anteriormente.

35 En una realización preferida, el disolvente orgánico es hexano, octano o una mezcla de estos.

En otra realización preferida, el disolvente orgánico es bencina, con ebullición dentro del intervalo de 100 a 140 $^{\circ}\text{C}$.

40 El al menos un disolvente orgánico está presente en una cantidad de al menos 50 %p., basado en el peso de la fase líquida de la suspensión. En realizaciones preferidas adicionales, el disolvente orgánico está presente en una cantidad de al menos 60 %p., al menos 70 %p., al menos 80 %p., al menos 90 %p., o al menos 95 %p., basado en el peso de la fase líquida de la suspensión.

45 En una realización preferida, la fase líquida de la suspensión consiste en el disolvente orgánico, sin disolventes no orgánicos como agua presentes. Sin embargo, también es posible que la fase líquida de la suspensión comprenda agua además del al menos un disolvente orgánico. Preferiblemente, el contenido de agua es menor que 50 %p., más preferiblemente menor que 25 %p., incluso más preferiblemente menor que 10 %p., basado en el peso total de la fase líquida.

Si hay agua presente, preferiblemente forma una emulsión con el disolvente orgánico.

50 La suspensión puede comprender, además, aditivos tales como dispersantes y fluidizadores. Los fluidizadores hacen que un sistema sea más líquido, es decir, bajan la viscosidad. Los dispersantes pueden tener la misma función, pero también actúan para estabilizar contra la aglomeración y/o prevenir el depósito, que no es un prerrequisito para un fluidizador.

En la etapa (b) del proceso de la presente invención, el talco se deslaminada y/o se reduce su tamaño de partícula medio d_{50} .

Se puede utilizar cualquier proceso de trituración convencional conocido por producir la deslaminación, posiblemente en combinación con una reducción del tamaño de partícula medio, de silicatos en capa, en especial, talco. El

progreso de la deslaminación se puede monitorizar a través del aumento del área superficial específica. Sin embargo, el progreso de la deslaminación también se puede monitorizar mediante otras herramientas analíticas, por ejemplo, intensidad de pico relativa {00l} en mediciones de difracción de rayos X como función del tiempo de trituración.

- 5 Preferiblemente, las condiciones para la deslaminación son tales que el disolvente orgánico se mantiene en estado líquido. Si se desarrolla demasiado calor durante la etapa de trituración, el disolvente orgánico se puede enfriar.

La etapa de deslaminación es preferiblemente una etapa de trituración en húmedo, en la que se utiliza un molino seleccionado de forma ventajosa del grupo que comprende molinos de bolas horizontales y verticales convencionales, molinos de perlas, molinos attritor, molinos planetarios y molinos de cilindro. En general, se pueden utilizar todos los molinos que sean capaces de deslaminar partículas de talco.

10 Los medios de trituración se seleccionan preferiblemente del grupo que comprende, bolas, gránulos y arena de cuarzo para trituración.

Si se utilizan bolas de trituración, preferiblemente están hechas de materiales tales como dióxido de circonio estabilizado con vidrio, cerio e/ó itrio, dióxido de circonio y silicato de circonio. Además, las bolas de plástico pueden ser útiles en la presente invención, tales como bolas hechas con polioximetileno (POM) o poliestireno (PS), así como gránulos, p. ej., hechos con hierro (Cyplex). También es posible utilizar combinación de los medios de trituración mencionados anteriormente.

En una realización preferida, las bolas de trituración tienen un diámetro de 0,1 a 5 mm, preferiblemente 0,2 a 3 mm, más preferentemente 0,5 a 2 mm, especialmente 1,0 a 1,6 mm, por ejemplo, 1 mm.

20 El grado de deslaminación y, en consecuencia, el aumento del área superficial específica se pueden ajustar mediante el tiempo de ejecución de la etapa de trituración (b). Preferiblemente, el tiempo de ejecución de la etapa (b) es al menos 30 minutos. En otras realizaciones preferidas, el tiempo de ejecución de la etapa (b) es al menos 60 minutos, al menos 120 minutos, al menos 180 minutos, al menos 240 minutos, al menos 300 minutos o al menos 360 minutos.

25 En una realización preferida, el talco proporcionado en la etapa (a) se trata en un homogeneizador para producir una reducción del tamaño de partícula medio ponderado d_{50} , posiblemente en combinación con un aumento del área superficial específica mediante deslaminación.

Se pueden utilizar cualesquiera homogeneizadores disponibles en el mercado, especialmente homogeneizadores de presión elevada, en los que la suspensión se prensa a presión elevada a través de una abertura restringida, que puede comprender una válvula y se descarga desde la abertura restringida a presión elevada contra una superficie de impacto dura directamente frente a la abertura restringida, de esta manera se reduce el tamaño de partícula. La presión se puede generar mediante una bomba, tal como una bomba de pistón, y la superficie de impacto puede comprender un anillo de impacto que se extiende alrededor de la abertura de válvula anular. Un ejemplo de homogeneizador que se puede utilizar en la presente invención es Ariete NS2006L de NIRO SOAVI. Sin embargo, también se pueden utilizar, entre otros, homogeneizadores tales como los de la serie APV Gaulin, la serie HST HL o la serie Alfa Laval SHL.

Para obtener material desmenuzado con un tamaño de partícula reducido, se puede utilizar una presión de más de 100 bar, por ejemplo, de 500 a 2000 bar, preferiblemente, de 600 a 1500 bar, más preferiblemente, de 700 a 1000 bar, específicamente, de 750 a 900 bar, por ejemplo, 800 bar, en el homogeneizador.

40 Según la presente invención, la etapa (b) podría comprender un tratamiento por trituración del talco, p. ej., en un molino de bolas, o un tratamiento en homogeneizador. Sin embargo, también es posible que la etapa (b) comprenda ambos tratamientos, es decir, trituración en combinación con un tratamiento en homogeneizador. La elección depende del efecto técnico que se quiere favorecer. Si el principal interés es aumentar el área superficial específica, la etapa (b) comprende preferiblemente un tratamiento de trituración extenso, pero solo un tratamiento en homogeneizador corto. Más preferiblemente, la etapa (b) solo comprende trituración, p. ej., en un molino de bolas, pero no tratamiento en homogeneizador.

Según el proceso de la presente invención, el talco tratado (es decir, deslaminado y/o con el tamaño de partícula reducido) tiene un valor de brillo B2, medido según ISO 2469, dicho B2 es mayor que B1.

El uso de un disolvente orgánico adecuado permite la deslaminación (es decir, el aumento del área superficial) y/o la reducción del tamaño de partícula medio de un talco de pureza inferior, mientras evita de forma simultánea una disminución en el brillo del talco resultante. Por lo tanto, como ya se trató anteriormente, se prefiere que un talco que todavía tiene una cantidad de impurezas significativa (o, dicho de otra forma, que tiene un brillo inferior) se someta al proceso de la presente invención. La cantidad de impurezas y el valor de brillo B1 del talco de partida que todavía mantiene o incluso mejora su brillo puede variar. Sin embargo, los valores adecuados se pueden establecer fácilmente para el talco de partida al monitorizar los valores de brillo como una función del tiempo de trituración.

En el proceso de la presente invención, la reducción en el tamaño de partícula medio se mantiene dentro de 15 a 60 %.

5 Preferiblemente, la diferencia entre el brillo B2 del talco, que se ha deslaminado y/o reducido en su tamaño de partícula medio, y el brillo B1 del talco proporcionado en la etapa (a), expresado como (B2 - B1), es al menos 0,3 %, más preferiblemente, al menos 0,5 %, incluso más preferiblemente, al menos 0,7 %.

El proceso puede comprender además una etapa (c), en la que el contenido de talco de la suspensión se aumenta mediante la extracción de la fase líquida.

10 Preferiblemente, la fase líquida se extrae hasta que se seca el talco tratado. Dentro del contexto de la presente invención, «se seca» preferiblemente significa menos de 5 %p. de fase líquida, basado en el peso del talco. En realizaciones adicionales preferidas, «se seca» significa menos de 3 %p., menos de 2 %p., menos de 1 %p., menos de 0,5 %p. o incluso menos de 0,1 %p. de fase líquida, basado en el peso del talco.

Además, se puede llevar a cabo una etapa de flotación antes de la etapa (b).

La etapa (c) puede comprender tratamiento térmico, filtración, centrifugación, evaporación a presión reducida o cualquier combinación de estos.

15 A continuación, la invención se describirá en mayor detalle al hacer referencia a los siguientes ejemplos.

Ejemplos

Métodos de medición

Brillo

20 El brillo se mide en relación con el ISO brillo R 457 (ISO 2469) con un espectrofotómetro Datacolor ELREPHO 3300 utilizado sulfato de bario como estándar de brillo (según DIN 5033).

Pureza del talco

25 La composición y pureza de talco se analizaron mediante fluorescencia de rayos X (XRF) (ARL 9400 Sequential XRF) y difracción de rayos X (XRD) (a partir de difracción de 5-100° 2theta Bragg utilizando un sistema Bruker AXS D8 Advanced XRD con radiación CuK α , ranuras de divergencia automatizada y un detector sensible a la posición lineal. La corriente del tubo y el voltaje fueron 50 mA y 35 kV, respectivamente: el valor de incremento fue 0,02° 2theta y el tiempo de recuento 0,5 s · incremento⁻¹).

Área superficial específica

30 El área superficial específica se determinó mediante el método de sorción BET, según ISO 9277. Se utilizó un analizador de área superficial y porosimetría TriStar 3000 (Micromeritics®), opcionalmente con un sistema de preparación de muestras tal como el sistema SmartPrep, un sistema completamente automático de preparación de muestras y desgasificación (Micromeritics®).

Tamaño de partícula medio d₅₀

35 El valor d₅₀ se determinó según el método Malvern. Para el método Malvern, se utilizó un MasterSizer S (3\$D (Fraunhofer)), que es un analizador de tamaño de partícula modular basado en el análisis de tamaño de partícula por difusión láser. El analizador Malvern Mastersizer S se configura para proporcionar un valor dx que representa el tamaño de partícula en el que x por ciento del volumen de las partículas es menor que este valor. Puede medir el tamaño de gota de pulverización, así como muestras en húmedo y seco. Este método también permite la determinación de la distribución de tamaño de partícula de productos en polvo y suspensión, respectivamente, en el intervalo de 0,05 a 900 μ m por medio de difusión y difracción de láser. A los efectos de la presente invención, la distribución de tamaño de partícula se lleva a cabo por medio de una luz láser (He-Ne), en la que la medición se puede ejecutar en seco y/o húmedo, con dos equipos de automatización diferentes, el espectro se cubre mediante dos lentes ópticas, una lente 300 P para la medición en seco de productos en polvo en el intervalo de 0,5 a 900 μ m, y una lente 300 RP para medición en húmedo de productos en suspensión y polvo en el intervalo de 0,05 a 900 μ m, respectivamente.

45 Ejemplo 1 y ejemplo comparativo 1:

En los siguientes ejemplos, un talco de Sotkamo, Finlandia, se sometió a un proceso de trituration a temperatura ambiente en un matraz de sulfonación equipado con un agitador y un condensador. Se utilizaron bolas de vidrio con un diámetro de 1,2-1,4 mm como medios de trituration.

50 El talco de partida tenía un tamaño de partícula medio ponderado d₅₀, medido mediante el método Malvern, tal como se describió anteriormente, de 28,26 μ m, un brillo de 73,40 % (medido según ISO 2469) y un área superficial

ES 2 643 316 T3

específica de 2,73 m²/g (medido según el método BET).

En el Ejemplo 1, se suspendieron 100 g del talco de partida en 900 g de bencina que tenía un punto de ebullición en el intervalo de 100 a 140 °C. La suspensión se trituró a temperatura ambiente durante 6 h.

5 En el ejemplo comparativo 1, se suspendieron 100 g del talco de partida en 900 g de agua. La suspensión se trituró a temperatura ambiente durante 6 h.

La distribución de tamaño de partícula se midió al inicio y al final de cada ensayo. Además, se midieron el área superficial específica y el brillo.

Los resultados se muestran en las Tablas 1 a 4 y las Figuras 1 a 4.

Tabla 1: desarrollo de d₅₀ mediante Malvern MasterSizer

	Talco de partida	Talco después de la trituración en agua durante 6h	Talco después de la trituración en bencina durante 6h
d ₅₀ / μm	28,26	18,91	13,86

Tabla 2: Desarrollo de brillo R457.

	Talco de partida	Talco después de la trituración en agua durante 6h	Talco después de la trituración en bencina durante 6h
% de Brillo	73,40	70,40	74,20

Tabla 3: Desarrollo de área superficial específica (BET)

	Talco de partida	Talco después de la trituración en agua durante 6h	Talco después de la trituración en bencina durante 6h
Área superficial específica m ² /g	2,73	17,27	14,26

15 Tabla 4: Distribución de tamaño de partícula mediante Malvern MasterSizer.

Malvern MasterSizer S	Talco de partida	Talco después de la trituración en agua durante 6h	Talco después de la trituración en bencina durante 6h
Tamaño de partícula / μm	% de volumen acumulado	% de volumen acumulado	Volumen acumulado
0,600	0,02	0,00	0,02
0,700	0,12	0,02	0,12
0,800	0,22	0,09	0,23
0,900	0,34	0,15	0,34
1,000	0,46	0,21	0,45
1,500	1,17	0,57	1,11
2,000	2,05	1,03	2,00
3,000	4,16	2,34	4,62
4,000	6,49	4,16	8,23
5,000	8,89	6,45	12,49
6,000	11,30	9,15	17,09
8,000	15,95	15,38	26,48
9,000	18,17	18,75	31,02
10,000	20,30	22,18	35,37
12,000	24,36	29,03	43,39
15,000	29,96	38,80	53,64
20,000	38,27	52,77	66,53

Malvern MasterSizer S	Talco de partida	Talco después de la trituración en agua durante	Talco después de la trituración en bencina
Tamaño de partícula / μm	% de volumen acumulado	% de volumen acumulado	Volumen acumulado
25,000	45,62	63,72	75,51
32,000	54,66	74,87	83,82
36,000	59,25	79,56	87,09
40,000	63,46	83,34	89,64
45,000	68,21	87,06	92,07
50,000	72,45	89,92	93,90
56,000	76,90	92,51	95,52
63,000	81,30	94,71	96,87
71,000	85,44	96,46	97,92
80,000	89,12	97,78	98,71
90,000	92,24	98,73	99,26
100,000	94,56	99,32	99,61
112,000	96,54	99,73	99,85
125,000	97,97	99,97	99,97
140,000	98,97	100,00	100,00
160,000	99,67	100,00	100,00
180,000	99,93	100,00	100,00
200,000	99,99	100,00	100,00
224,000	100,00	100,00	100,00

La medición en Malvern MasterSizer (véase la Figura 1) muestra que la bencina, como disolvente de trituración, logra partículas más finas que cuando se usa agua. El valor d_{50} del talco tratado en bencina fue 13,9 μm y el valor d_{50} de talco tratado en agua fue 18,9 μm (véase la Figura 2).

- 5 El área superficial específica del talco tratado en agua alcanzó un valor de 17,3 m^2/g y el área superficial específica del talco tratado en bencina fue de 14,3 m^2/g después de 6 h de tiempo de tratamiento (véase la Figura 3).

El valor de brillo R457 del talco tratado en agua alcanzó un valor de 70,4 %, mientras que el talco tratado en bencina alcanzó un valor de 74,2 % después de 6 h horas de tratamiento, que es mayor que el valor de brillo del talco de partida.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para el tratamiento de talco que comprende las etapas de:
 - (a) proporcionar un talco que tiene un tamaño de partícula medio ponderado d_{50} de 5 a 70 μm y que tiene un primer valor de brillo B1, medido según ISO 2469, y formar una suspensión del talco en una fase líquida, la fase líquida de la suspensión comprende al menos un disolvente orgánico;
 - (b) deslaminar y/o reducir el tamaño de partícula medio ponderado d_{50} del talco dentro de un intervalo de 15 a 60 % en el que el talco tratado tiene un valor de brillo B2, medido según ISO 2469, y $B2 \geq B1$;en el que el talco proporcionado en la etapa (a) se selecciona del grupo que consiste en menas de carbonato de magnesio, menas derivadas de serpentina, menas silíceas o mezclas de estas, preferiblemente de Sotkamo (Finlandia);
en el que el disolvente orgánico comprende hexano, octano o una mezcla de estos, preferiblemente, comprende bencina con ebullición dentro del intervalo de 100 a 140 °C;
en el que el al menos un disolvente orgánico está presente en una cantidad de al menos 50 %p., basado en el peso de la fase líquida de la suspensión; y
- 15 en el que la etapa (b) comprende triturar la suspensión de talco, preferiblemente en el que la suspensión de talco se tritura en un molino de bolas y/o en el que la etapa (b) comprende tratamiento de la suspensión de talco en un homogeneizador, preferiblemente dicho homogeneizador es un homogeneizador de presión elevada.
- 20 2. El proceso según la reivindicación 1, en el que el contenido de talco de la suspensión está dentro del intervalo de 5 a 25 %p., basado en el peso total de la suspensión.
3. El proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la fase líquida de la suspensión consiste en el disolvente orgánico.
4. El proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la fase líquida de la suspensión comprende, además, agua, preferiblemente, en el que el agua y el disolvente orgánico forman una emulsión.
- 25 5. El proceso según una de las reivindicaciones precedentes, que comprende, además, una etapa (c), en la que el contenido de talco de la suspensión se aumenta mediante la extracción de la fase líquida, preferiblemente, en el que la fase líquida se extrae hasta que se seca el talco tratado.
6. El proceso según la reivindicación 5, en el que la etapa (c) comprende tratamiento térmico, filtración, centrifugación, evaporación a presión reducida o cualquier combinación de estos.
- 30 7. El proceso según una de las reivindicaciones precedentes, en el que el talco tratado tiene un área superficial específica, medida mediante el método BET, según ISO 9277, utilizando nitrógeno, que es mayor que el área superficial específica del talco proporcionado en la etapa (a).
8. El proceso según una de las reivindicaciones precedentes, en el que la diferencia entre el brillo B2 del talco tratado y el brillo B1 del talco proporcionado en la etapa (a), expresado como $(B2 - B1)$, es al menos 0,5 %.

Figura 1

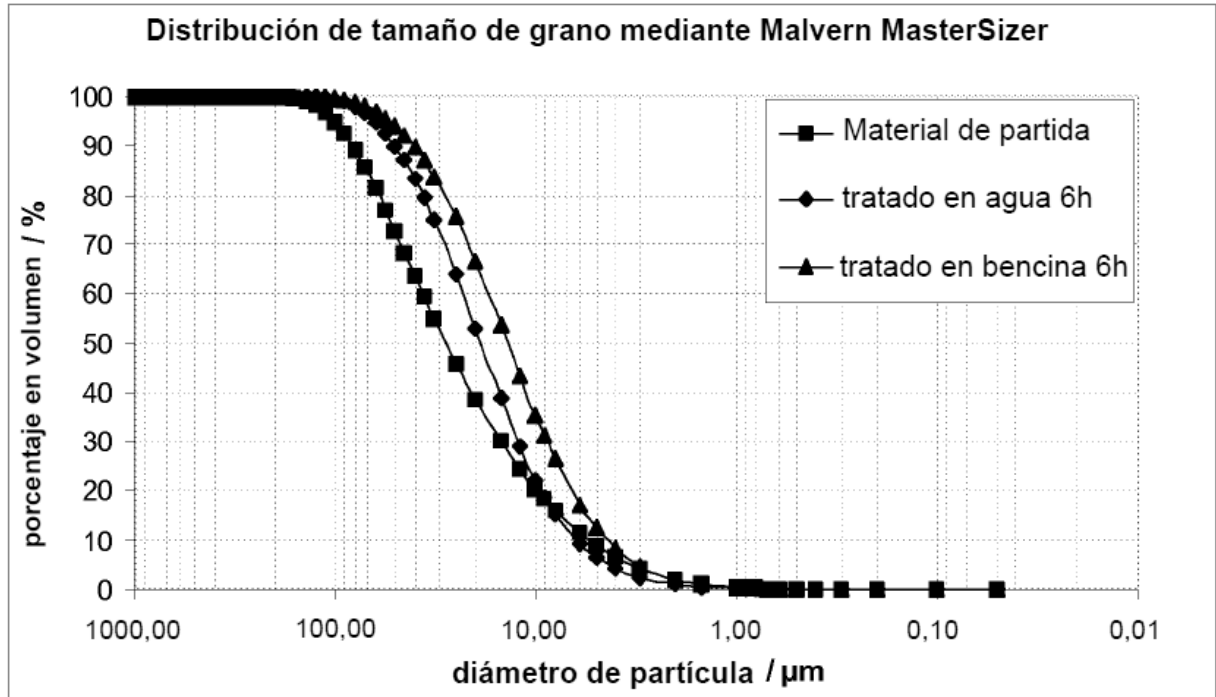


Figura 2

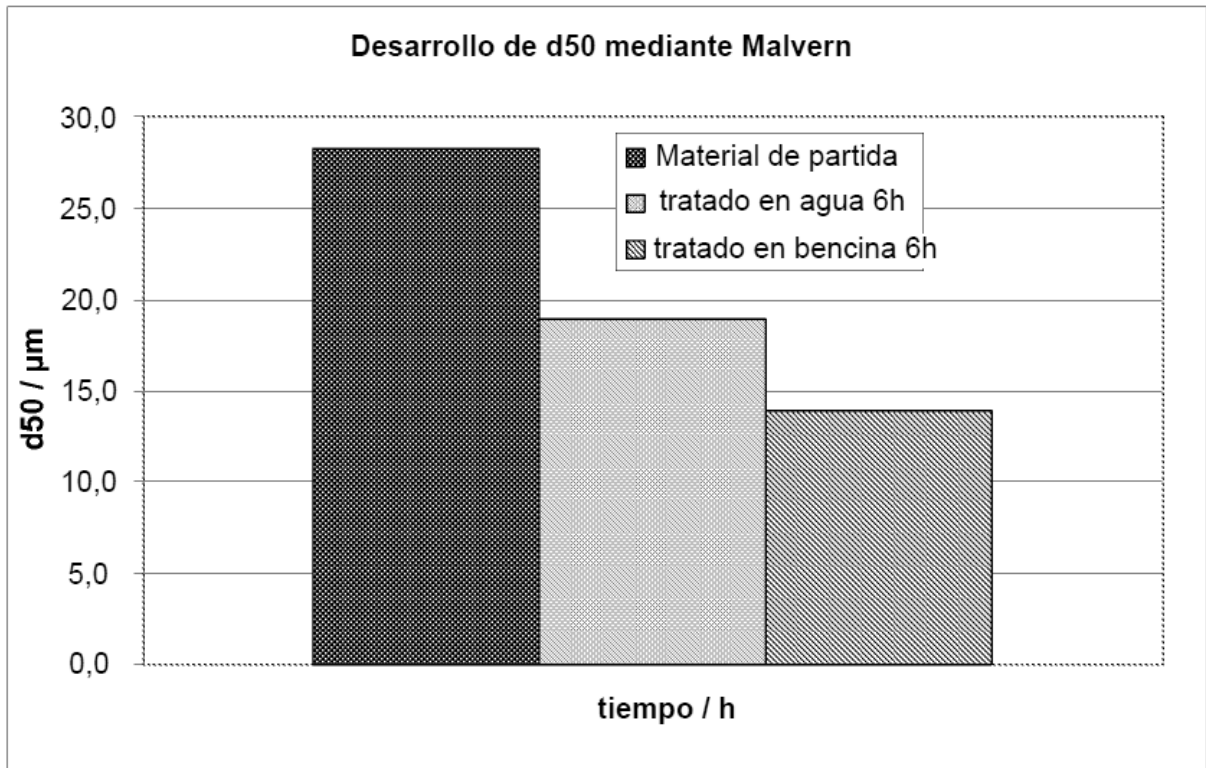


Figura 3

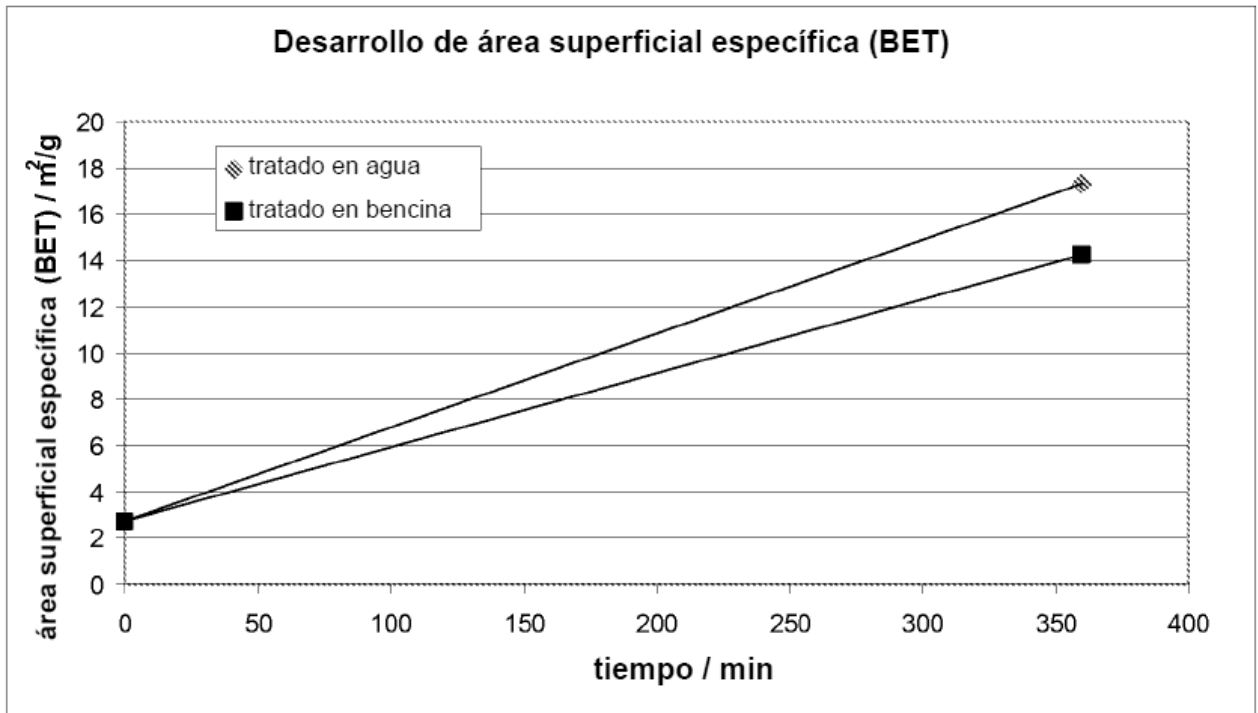


Figura 4

