

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 674 073**

51 Int. Cl.:

C01F 5/14 (2006.01)

C09C 1/02 (2006.01)

C09K 21/02 (2006.01)

H01B 7/295 (2006.01)

C08K 3/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.11.2007 PCT/GB2007/004217**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.05.2008 WO08056121**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2007 E 07824453 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.03.2018 EP 2094608**

54 Título: **Molienda y beneficio de brucita**

30 Prioridad:

06.11.2006 GB 0622106

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

27.06.2018

73 Titular/es:

**IMERYS MINERALS LIMITED (100.0%)
Par Moor Centre Par Moor Road
Par. Cornwall PL24 2SQ, GB**

72 Inventor/es:

**WINDEBANK, MARK BARRY;
SKUSE, DAVID ROBERT;
PALM, SCOTT y
HOOPER, JEREMY JOHN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 674 073 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

Molienda y beneficio de brucita

Campo de la invención

5 La presente invención se relaciona con métodos de molienda y beneficio de hidróxido de magnesio natural, también conocido como brucita. La invención también se relaciona con métodos para preparar composiciones, particularmente, pero no exclusivamente, polímeros, que incluyen brucita en partículas beneficiada molida.

Antecedentes de la invención

El hidróxido de magnesio en partículas tiene una amplia gama de usos. En particular, se usa como material de relleno en una variedad de aplicaciones.

10 La Solicitud de Patente PCT N° WO-A-2005/077829, así como las publicaciones a las que se hace referencia en ella y en el Informe de Búsqueda Internacional publicado al respecto, describen materiales de relleno de hidróxido de magnesio en partículas molidas y sus usos.

15 El método descrito en el documento WO-A-2005/077829 para preparar hidróxido de magnesio en partículas implica moler brucita en contacto con un medio acuoso en la presencia de al menos un medio de molienda en partículas bajo condiciones tales que la entrada de energía es superior a aproximadamente 20 kWh/tonelada.

La finura del hidróxido de magnesio en partículas derivado de brucita también es un factor importante en su utilidad. Es deseable que se muele el hidróxido de magnesio en partículas derivado de brucita antes de su uso para reducir el tamaño de partícula.

También es deseable minimizar la aparición de asbestos y otras fibras minerales en brucita molida.

20 Como es sabido, las partículas de relleno grueso en polímeros pueden servir como sitios para la generación de grietas que pueden reducir la resistencia al impacto del polímero (véase, por ejemplo, "Toughening of Polypropylene by CaCO₃: Effect of Particle Size and Surface Coating", D. A. Taylor y C. D. Paynter, Polymat 1994 - Toughening of Plastics III, Conference Proceedings, Londres, 19-22 de septiembre de 1994, p.628-38). Por lo tanto, también es deseable clasificar hidróxido de magnesio en partículas molidas para reducir el tamaño superior de las partículas.

25 El brillo de un material de relleno es un factor importante en su utilidad. Es deseable que el hidróxido de magnesio en partículas derivado de brucita se aclare antes del uso.

Breve descripción de la invención

La presente invención se define en y por las reivindicaciones adjuntas, tal como se interpreta correctamente de acuerdo con la ley.

30 De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un método para preparar brucita en partículas que comprende molienda y beneficio de brucita en partículas en el que la brucita en partículas beneficiada en molienda tiene un d_{90} menor o igual a aproximadamente 6.4 μm medido por dispersión de luz láser.

35 El beneficio de la brucita puede tener lugar antes y/o durante y/o después de que se muele la brucita en partículas. El beneficio puede dar como resultado que se incremente la concentración de brucita y/o una mejora en una o más propiedades tales como el brillo. Este aumento en la concentración puede deberse a la eliminación de material que no sea brucita.

La brucita en partículas resultante tiene un d_{90} menor o igual a aproximadamente 6.4 μm medido por dispersión de luz láser y preferiblemente un d_{50} menor que o igual a aproximadamente 0.5 μm , por ejemplo, aproximadamente 0.4 a 0.5 μm , medido por dispersión de luz láser.

40 La brucita que se va a moler puede tener un tamaño superior de partículas que es más grueso que un tamaño superior deseado, y puede molerse en contacto con un medio acuoso en la presencia de al menos un medio de molienda en partículas bajo condiciones tales que la energía de entrada es superior a aproximadamente 20 kWh/tonelada, en el que la brucita en partículas que tiene un tamaño superior de partículas que es más grueso que el tamaño superior deseado está presente en un exceso de peso con respecto al agua del medio acuoso.

La brucita en partículas molida puede tener un d_{90} menor o igual a aproximadamente $2 \mu\text{m}$ medido por dispersión de luz láser y un d_{50} menor o igual a aproximadamente $0.5 \mu\text{m}$ medido por dispersión de luz láser.

El método de dispersión de luz láser para medir d_{90} usado aquí se realiza en un instrumento CILAS. El método de sedimentación, al que se hace referencia en otra parte de esta especificación, se realiza en una máquina SEDIGRAPH 5100 suministrada por Micromeritics Corporation, EEUU.

La brucita en partículas molida puede comprender menos de aproximadamente 0.1, por ejemplo menos de aproximadamente 0.05, por ejemplo menos de aproximadamente 0.01, por ejemplo menos de aproximadamente 0.003, por ejemplo menos de aproximadamente 0.002, por ejemplo menos de aproximadamente 0.001, fibras de asbestos u otras fibras minerales por ml de aire a un nivel total de polvo de 10 mg/m^3 . El término asbesto incluye uno o más de los siguientes minerales: crocidolita, amosita, crisotilo, actinolita fibrosa, antofilita fibrosa o tremolita fibrosa. Se miden los niveles de asbesto presentes de acuerdo con el siguiente procedimiento. Se pesa 1 g de la muestra de brucita y se lava hacia un matraz volumétrico de 100 ml usando solución de agua doblemente destilada: metanol 50:50 y se diluye a 100 ml con agua doblemente destilada. A continuación se dispersa la muestra a fondo usando un baño de ultrasonido y agitando, antes de diluir la suspensión usando una pipeta hasta un total de 10,000 veces usando agua doblemente destilada recién preparada de la siguiente manera:-

1^{ra} dilución (A): se diluyen 5 ml de suspensión a 100 ml = 20 veces la dilución;

2^{da} dilución (B): se diluyen 2 ml de la suspensión 'A' a 100 ml (50 veces) = dilución total de 1,000 veces;

3^{da} dilución (C): se diluyen 10 ml de la suspensión 'B' a 100 ml (10 veces) = dilución total de 10,000 veces.

Durante este proceso de dilución, se debe jugar la pipeta, dentro del matraz, con agua doblemente destilada. Esto asegura que se transfiera cualquier material fibroso que se adhiere a los lados de la pipeta al matraz. Se lleva a cabo la mezcla completa en cada etapa. Luego se filtra una alícuota de 2 ml de la suspensión diluida final a través de una membrana de policarbonato Nuclepore de 13 mm de diámetro y $0.4 \mu\text{m}$ de tamaño de poro. Al igual que con las diluciones anteriores, se debe jugar la pipeta en el filtro para garantizar que se transfiera todo el material fibroso. Se encontrará el residuo filtrado dentro de un disco de 5 mm en el centro de la membrana. Se deja secar al aire antes de montarlo en un disco de carbono sólido, fijado a un trozo de aluminio, usando pintura conductora de plata (el disco de carbono sólido evita cualquier contribución de rayos X que no es de la muestra durante el análisis que podría detectarse a través de la membrana delgada). Luego, se somete la muestra a chisporroteo con oro durante 60 segundos a $\sim 10 \text{ mA}$ antes de colocarse en el microscopio. Se ajustan las condiciones del microscopio para ajustarse tanto al análisis como a la visualización cómoda de la muestra, por ejemplo, la corriente de la sonda = $6 \times 10^{-10} \text{ A}$, la distancia de trabajo (W.D.) = 15 mm, el voltaje de funcionamiento = 15 kV y la ampliación = 1500 veces. Se escanea sistemáticamente la porción central de la membrana que mantiene el residuo insoluble en ácido para detectar cualquier fibra de asbesto. Cualquier fibra de asbesto se nota y notifica como el número de fibras por ml de aire a un nivel total de polvo de 10 mg/m^3 . Debido al tiempo tomado para evaluar estos especímenes, aproximadamente solo se examina la mitad del disco de 5 mm. A continuación éste resultado se multiplica por 2 para obtener el valor de todo el disco. Para que una partícula se considere como una fibra, tiene que tener $> 5 \mu\text{m}$ en longitud, $< 3 \mu\text{m}$ de ancho y una proporción de aspecto de > 3 a 1.

La brucita en partículas molida puede comprender menos de aproximadamente 1% en peso, por ejemplo menos de aproximadamente 0.5% en peso, por ejemplo menos de aproximadamente 0.1% en peso, por ejemplo menos de 0.05% en peso de hierro. Los niveles de hierro presentes son hierro soluble en ácido y se miden cuantitativamente usando métodos de análisis químico húmedo. Más específicamente, se miden las cantidades de hierro presentes mediante la técnica del Plasma de Acoplamiento Inductivo (ICP) y se expresan los resultados como un% en peso de la muestra completa.

La brucita en partículas molida puede tener un valor de absorción de humedad durante 7 días de menos de aproximadamente 15%, por ejemplo menos de aproximadamente 10% y lo más preferiblemente menos de aproximadamente 6%. La absorción de humedad se mide gravimétricamente. Más específicamente, se seca la brucita durante 2 horas a 80°C en un horno de vacío. Se deja enfriar el material en un desecador y se pesa. La muestra luego se expone a un ambiente controlado, a 23°C y 97% de humedad relativa, y se registra el aumento de peso después de 7 días.

Los métodos de acuerdo con la presente invención pueden comprender clasificar la brucita en partículas incluyendo partículas de tamaño superior en un cierto intervalo de tamaño (por ejemplo 15 a 18 mm o 12 a 18 mm medido por dispersión de luz láser) para eliminar dichas partículas de tamaño superior en dicho intervalo de cierto tamaño, donde el método comprende suspender el material en un medio acuoso para formar una suspensión en partículas de la brucita, introducir una corriente de dicha suspensión en partículas en un aparato de hidrociclón para crear un flujo de vórtice en el aparato, y eliminar del aparato una primera corriente descargada ("corriente inferior" o "U/F") que comprende partículas relativamente grandes y una segunda corriente descargada ("sobrecorriente" o "O/F") que

comprende partículas relativamente pequeñas y recuperar el hidróxido de magnesio en partículas libre de dichas partículas de tamaño superior de la segunda corriente descargada. La suspensión acuosa puede incluir, si se desea, agentes dispersantes u otros aditivos para ayudar a la separación. Sin embargo, se ha encontrado que puede no ser necesario usar un agente dispersante.

- 5 La brucita en partículas molida se beneficia con el fin de mejorar su brillo, en la que el beneficio comprende dispersar la brucita en partículas molida o previamente molida en un medio de vehículo fluido para producir una dispersión; introducir la dispersión en un campo magnético de suficiente resistencia de campo para magnetizar los componentes férricos de la brucita en partículas; retirar la dispersión del campo magnético y colocar la dispersión lo suficientemente cerca de un material magnético o magnetizable de manera que dichos componentes férricos de la dispersión se concentran en la proximidad del material magnético o magnetizable; y después de eso separar dichos componentes férricos concentrados del resto de la dispersión.

- 15 Los métodos para preparar una brucita en partículas molidas de acuerdo con la presente invención pueden comprender además combinar dicha brucita opcionalmente con uno o más de otros materiales inorgánicos en partículas con el fin de proporcionar un material de relleno en partículas para uso en una composición polimérica. Se proporciona preferiblemente la carga para usar en forma de un polvo sustancialmente seco. El material de relleno en partículas puede consistir, de forma adecuada, esencialmente en una brucita en partículas molidas fabricada de acuerdo con la presente invención y uno o más materiales inorgánicos en partículas diferentes. El uno o más de otros materiales en partículas pueden tener adecuadamente propiedades retardantes de llama y estar presentes con la brucita en partículas en una cantidad retardante de llama.

- 20 El relleno puede estar presente adecuadamente en una cantidad entre aproximadamente 1% y aproximadamente 90%, por ejemplo entre aproximadamente 10% y aproximadamente 90%, en peso del polímero de relleno. El relleno está preferiblemente presente en el polímero en una cantidad retardante de llama, para proporcionar una composición polimérica retardante de llama adecuada, por ejemplo, para uso como envoltura, recubrimiento o carcasa para un producto eléctrico. Se puede formar la composición de polímero en un artículo. El artículo puede ser una envoltura, recubrimiento o carcasa para un producto eléctrico, por ejemplo, un componente de envoltura de un cable eléctrico.

Se puede formar la composición polimérica mezclando los componentes de la composición, donde el componente polimérico está presente para la mezcla como un líquido o sólido en partículas, y opcionalmente uno o más precursores del polímero.

Descripción detallada de la invención

- 30 El método de medición de dispersión de luz láser usado aquí es un análisis de tamaño de partícula bien conocido que usa un instrumento 1064 CILAS (Compagnie Industrielle des Lasers). El instrumento CILAS determina la distribución del tamaño de partícula de una muestra pasando un rayo láser a través de una suspensión diluida de partículas de muestra y midiendo el patrón de difracción resultante del rayo láser. El patrón de difracción se analiza usando algoritmos matemáticos (Fraunhofer) con base en la teoría óptica para calcular la distribución del tamaño de partícula de la muestra. El instrumento CILAS 1064 estaba equipado con un dispositivo de muestreo húmedo y un sistema de detección láser dual para permitir la medición precisa de partículas muy finas. El instrumento CILAS 1064 normalmente proporciona datos de tamaño de partícula a dos decimales.

- 40 El parámetro d_{90} medido por CILAS es el diámetro esférico equivalente en partículas (esd), medido en el CILAS (Compagnie Industrielle de Lasers) 1064 o el instrumento correspondiente, en el que hay un 90% en volumen de las partículas que tienen un valor de esd menor que el valor d_{90} .

A menos que se indique lo contrario, el método para medir d_{50} usado aquí también se realiza en un instrumento CILAS 1064. Este parámetro d_{50} es el diámetro esférico equivalente (esd) de partícula medio o promedio, es decir, el esd en el que hay un 50% en volumen de las partículas que tienen un esd menor que el valor d_{50} .

- 45 La brucita en partículas inicial se obtiene preferiblemente a partir de brucita triturada gruesamente. La brucita puede presentarse en forma sustancialmente pura o, más comúnmente, puede encontrarse en combinación con otros minerales como calcita, aragonita, talco o magnesita, a menudo en forma estratificada entre depósitos de silicato, en clorita o en esquistos. El término "brucita" usado aquí incluye todas las formas y apariciones de brucita, y derivados procesados de los mismos (por ejemplo, triturados).

- 50 El método puede ser realizado de forma adecuada generalmente como se describe en el documento WO-A-2005/077829. Cuando la brucita que se va a moler tiene un tamaño superior de partículas que es más grueso que un tamaño superior deseado, y se muele en contacto con un medio acuoso en la presencia de al menos un medio de molienda en partículas bajo condiciones tales que la entrada de energía está en un exceso de aproximadamente 20 kWh/tonelada, y donde la brucita en partículas tiene un tamaño superior de partículas que es más grueso que el tamaño superior deseado, está presente en un exceso de peso con respecto al agua del medio acuoso, entonces, por

ejemplo, la brucita en partículas de partida puede estar presente en al menos un exceso de 1.4 veces en peso, por ejemplo en un exceso de al menos 1.6 veces en peso, por ejemplo en un exceso de peso de al menos 1,8 veces, por ejemplo en al menos un exceso de peso doble, por ejemplo en un exceso de al menos 2.2 veces en peso, por ejemplo en un exceso de al menos 2.5 veces de peso, con respecto al agua. Preferiblemente, la brucita en partículas de partida debería estar presente en hasta aproximadamente un exceso de peso de tres veces, con respecto al agua. Si se desea, se puede agregar agua según se desee, incluso en la medida en que, hacia el final de la molienda, el agua se convierte en un exceso de peso en relación con la brucita en partículas.

La entrada de energía está adecuadamente en exceso a aproximadamente 50 kWh/tonelada, por ejemplo en exceso a aproximadamente 100 kWh/tonelada, por ejemplo en exceso a aproximadamente 150 kWh/tonelada, por ejemplo en exceso a aproximadamente 200 kWh/tonelada, por ejemplo en exceso a aproximadamente 250 kWh/tonelada, por ejemplo en exceso a aproximadamente 300 kWh/tonelada, por ejemplo en exceso a aproximadamente 350 kWh/tonelada. El límite superior de entrada de energía es generalmente difícil de especificar, ya que el tamaño de partícula generalmente continuará reduciéndose, aunque progresivamente más lentamente, a medida que aumenta la entrada de energía. En términos generales, no debería ser necesario que la entrada de energía exceda aproximadamente 2000kWh/tonelada, con el fin de producir brucita en partículas útil o material de relleno de acuerdo con la presente invención.

El medio de molienda en partículas puede ser de un material natural o sintético. El medio de molienda puede comprender bolas, perlas o pellas de cualquier material mineral duro, cerámico o metálico; tales materiales pueden incluir, por ejemplo, alúmina, zirconia, zirconio, silicato, silicato de aluminio o el material rico en mullita que se produce calcinando arcilla caolinitica a una temperatura en el intervalo de 1300°C a 1800°C. Alternativamente, se pueden usar partículas de arena natural de un tamaño de partícula adecuado.

Generalmente, el tipo de, y tamaño de partícula de, el medio de molienda que se va a seleccionar para usar en la invención puede depender de las propiedades, tales como, por ejemplo el tamaño de partícula y la composición química de la alimentación del hidróxido de magnesio natural que se va a moler. Preferiblemente, el medio de molienda en partículas comprende partículas que tienen un diámetro promedio en el intervalo de 0.1 mm a 6.0 mm y, más preferiblemente, en el intervalo de 0.2 mm a 4.0 mm. Preferiblemente, el medio (o medio) de molienda puede estar presente en una cantidad de 40% a 70% en volumen de la carga; más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 60% en volumen de la carga.

La brucita en partículas está preferiblemente presente en suspensión en el medio acuoso. En tal suspensión, la brucita de partida relativamente gruesa puede estar presente preferiblemente en una cantidad de 5% a 85% en peso de la suspensión; más preferiblemente en una cantidad de 20% a 80% en peso de la suspensión. Más preferiblemente, la brucita de partida gruesa puede estar presente en una cantidad de aproximadamente 30% a 75% en peso de la suspensión.

Se puede añadir preferiblemente un agente dispersante a la suspensión antes de la trituración mediante el método de la invención. Esto es deseable para reducir la viscosidad de la suspensión. Se prefiere que se añada una proporción (por ejemplo, hasta aproximadamente 50% en peso o volumen, por ejemplo aproximadamente 30 a 40%) del agente dispersante antes o al comienzo del procedimiento de molienda, y se agregue el restante del agente dispersante en dosificaciones relativamente pequeñas durante el procedimiento de molienda. El agente dispersante puede ser, por ejemplo, un fosfato condensado soluble en agua, una sal soluble en agua de un ácido polisilícico o un polielectrolito, por ejemplo una sal soluble en agua de un poli(ácido acrílico) o de un poli(ácido metacrílico) que tiene un número de peso molecular promedio no mayor de 80,000. Se puede agregar el agente dispersante en forma de un polvo seco o una solución, por ejemplo en agua. Como agente dispersante, se pueden mencionar particularmente poliacrilato de sodio, poliacrilato de amonio o cualquier combinación de los mismos. Los productos comercialmente disponibles que incluyen estos materiales incluyen Calgon (hexametáfosfato de sodio), DP2695® (poliacrilato de sodio, disponible de Ciba Specialty Chemicals, www.cibasc.com), Jaypol 1183® (30% de poliacrilato de sodio neutralizado con sodio, que se puede neutralizar aún más con hidróxido de sodio para preparar, por ejemplo, una forma modificada neutralizada al 70%), BTC2® (poliacrilato de sodio, disponible de MJ Polymers, Doncaster, RU), y A40® (poliacrilato de amonio, disponible de Ciba Specialty Chemicals). La cantidad de agente dispersante usada generalmente estará en el intervalo de 0.05 a 2.0% en peso, con base en el peso del material sólido en partículas seco.

Se continua la molienda hasta que se alcanza el diámetro de partícula deseado, después de lo cual el material en partículas se deshidrata y se seca. La deshidratación se puede lograr mediante el uso de tazones de sedimentación, centrifugas de deshidratación, prensas de placa y marco, prensas de correa, filtros rotatorios de vacío, prensas de tubo, prensas de alta presión, membranas de flujo tangencial y evaporadores o alguna combinación de los mismos. Se puede lograr el secado mediante el uso de secadores de atomización, secadores de secado rápido, secadores de tambor, secadores de estante o chimenea, secadores con frío y molinos secadores, o alguna combinación de los mismos.

Se puede realizar convenientemente este proceso de molienda de alto contenido de sólidos de acuerdo con la presente invención en una escala pequeña (kilogramo o laboratorio) usando el aparato y otras condiciones especificadas en

WO-A-2005/077829, aunque preferiblemente se puede usar una velocidad de impulsor más alta de al menos aproximadamente 1000 rpm, por ejemplo, al menos aproximadamente 1250 rpm, por ejemplo, al menos aproximadamente 1350 rpm, por ejemplo, al menos aproximadamente 1450 rpm, por ejemplo aproximadamente 1500 rpm. Se puede emplear el proceso de molienda con alto contenido de sólidos de acuerdo con la presente invención
5 alternativamente en una escala comercial (de toneladas o de multitoneles) con escalado adecuado desde el aparato de laboratorio.

Se encuentra que el proceso de molienda de acuerdo con la presente invención proporciona hidróxido de magnesio en partículas relativamente fino con utilidad como material de relleno, más económicamente que los procesos de molienda de la técnica anterior. Además, se encuentra que el hidróxido de magnesio en partículas ultrafino se puede
10 preparar fácilmente. Además, se encuentra que el proceso de molienda de acuerdo con la presente invención permite que la brucita molida se prepare con un contenido sorprendentemente bajo de asbesto y otras fibras minerales, que conduce a considerables ventajas de salud y seguridad.

La brucita en partículas triturada en seco puede, si se desea, resuspenderse en un medio líquido para uso posterior. Típicamente se puede ayudar a tal redispersión mediante el uso de agentes dispersantes. Los mismos agentes
15 dispersantes que se mencionaron anteriormente se pueden usar adecuadamente.

Además, se ha encontrado, sorprendentemente, que la brucita en partículas finas preparada de acuerdo con la presente invención se dispersa más fácilmente para proporcionar una pasta que se pueda bombear y manejable de viscosidad aceptablemente baja (por ejemplo, menos de aproximadamente 1100 mPa.s de viscosidad Brookfield en la dispersión, preferiblemente menos de aproximadamente 650 mPa.s), aumentando a menos de aproximadamente
20 2000 MPa.s de viscosidad Brookfield después de 1 hora, preferiblemente menos de aproximadamente 1300 mPa.s) que los materiales de hidróxido de magnesio molidos de la técnica anterior, que son típicamente difíciles de dispersar efectivamente.

La brucita en partículas beneficiada de acuerdo con la presente invención puede tener típicamente un brillo ISO (violeta) superior a aproximadamente 85, por ejemplo al menos aproximadamente 89, por ejemplo al menos aproximadamente 91, por ejemplo al menos aproximadamente 93. El brillo ISO (violeta) es más alto después de haberse llevado a cabo el beneficio. Preferiblemente, el brillo ISO es mayor que o aproximadamente un punto mayor, preferiblemente mayor o aproximadamente dos puntos mayor, preferiblemente mayor que o aproximadamente tres puntos superior. El brillo ISO, como se expresa aquí, se refiere al porcentaje de reflectancia a la luz de una longitud de onda de 457 nm. El brillo ISO es el porcentaje de luz reflejada por un cuerpo en comparación con la reflejada por
25 un difusor perfectamente reflejante medido a 457 nm. Se usa un Datacolour Elrepho equipado con dos lámparas de tungsteno, un escudo de brillo y una gama de filtros que incluye uno con una configuración nominal de 457nm y uno con una configuración nominal de 571nm. Se produce una superficie de prueba atomizando un material seco, por ejemplo usando un atomizador Imerys, para dispersarlo por completo, y luego comprimirlo bajo una presión de 1.2 kg cm⁻² para formar una tableta en polvo. El secado se lleva a cabo en un horno y se denota la sequedad de la muestra por la ausencia de condensación en una pieza de vidrio de placa fría cuando se coloca muy cerca de la superficie de la muestra que se ha retirado del horno. Los hornos de secado adecuados incluyen el tipo de circulación forzada que son capaces de mantener una temperatura de 80°C a 5°C. Se miden los valores de reflectancia de esta tableta a dos longitudes de onda en el espectro visible. Se realizan las mediciones con el componente ultravioleta excluido. El estándar primario adoptado fue un estándar de reflectancia ISO nivel 2, suministrado y calibrado por Physikalisch-
30 Technische Bundesanstalt (P.T.B.), Alemania Occidental. Se usó un estándar de trabajo, en este caso una baldosa cerámica, para calibrar el fotómetro para mediciones de brillo que se habían calibrado previamente en comparación con el nivel 2 estándar.

El amarilleamiento se mide de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente para las medidas de brillo. El amarilleamiento se reporta como el valor obtenido cuando la reflectancia a 457 nm se resta de la reflectancia a 571
35 nm.

El d₉₀ de la brucita molida puede ser menor o igual a 2.0 µm, por ejemplo, menor o igual a 1.9 µm, por ejemplo menor o igual a 1.8 µm, y el d₅₀ puede ser menor o igual a 0.50 µm, por ejemplo, menor o igual que 0.48 µm, por ejemplo menor o igual a 0.46 µm, por ejemplo menor o igual a 0.44 µm, por ejemplo menor o igual a 0.42 µm, por ejemplo mayor o igual a aproximadamente 0.30 µm, por ejemplo, aproximadamente 0.40 µm.

La brucita en partículas puede estar presente como una partícula seca o en una mezcla seca con otros materiales. Alternativamente, por ejemplo, la brucita en partículas, y otros materiales opcionales, si están presentes, pueden estar en una pasta o dispersión líquida (por ejemplo, acuosa).
40

El nivel de fibras de asbesto es sorprendente, y los niveles preferidos están sustancialmente por debajo del nivel medido para la brucita molida. Además, los niveles preferidos son más de 100 veces menores que el límite seguro aceptado para crisotila (0.3 fibras por ml de aire en un nivel total de polvo de 10 mg/m³).
55

La clasificación de acuerdo con la presente invención puede llevarse a cabo, por ejemplo, usando un hidrociclón, una centrífuga o mediante sedimentación. Para clasificar la brucita en partículas usando un hidrociclón, entonces típicamente, la corriente introducida entra en el hidrociclón tangencialmente y las corrientes descargadas salen axialmente, de manera convencional. Las partículas de tamaño superior pueden estar, por ejemplo, en el intervalo de tamaño de 15 a 18 μm o 12 a 18 μm , medido por dispersión de luz láser. La suspensión acuosa puede incluir, si se desea, agentes dispersantes (por ejemplo, aquellos mencionados anteriormente u otros aditivos para ayudar a la separación). Sin embargo, se ha encontrado que puede no ser necesario usar un agente dispersante. Se puede seleccionar el aparato con hidrociclón de cualquier sistema de hidrociclón comercialmente disponible para la separación de partículas. Es particularmente adecuado usar un aparato de hidrociclón que incorpore un buscador de vórtice y una espita. Se puede realizar la selección de un diseño y tamaño apropiados de hidrociclón según los principios conocidos que usan procedimientos razonables de prueba y ensayo. Para una discusión de un enfoque sistemático para la selección de dimensiones y parámetros de hidrociclón para su uso en relación con la presente invención, véase, por ejemplo, Mineral Processing and Extractive Metallurgy, vol. 112, No. 1, abril de 2003, págs. 19-24 (6). Un aparato de hidrociclón adecuado que puede usarse es Axsia Mozley.

La brucita en partículas triturada se beneficia con el fin de mejorar su brillo y, opcionalmente, para reducir su contenido de asbesto u otras fibras minerales. Esto comprende dispersar la brucita en partículas en un medio portador fluido para producir una dispersión; introducir la dispersión en un campo magnético de suficiente fortaleza de campo para magnetizar los componentes férricos de la brucita en partículas; retirar la dispersión del campo magnético y colocar la dispersión lo suficientemente cerca de un material magnético o magnetizable de modo que los dichos componentes férricos de la dispersión se concentran en la proximidad del material magnético o magnetizable; y después de eso separar dichos componentes férricos concentrados del resto de la dispersión.

El vehículo fluido puede ser un gas, líquido o sólido fluido. Se prefiere una dispersión líquida acuosa. Se pueden usar agentes dispersantes adecuados si se desea, como se describió anteriormente. Se puede producir el campo magnético por cualquier medio adecuado. Por ejemplo, se puede producir el campo magnético por un electroimán, por ejemplo un imán superconductor. El campo magnético puede tener una resistencia de campo mayor que aproximadamente 1 Tesla, por ejemplo mayor que aproximadamente 2 Tesla, por ejemplo mayor que aproximadamente 3 Tesla, por ejemplo mayor que aproximadamente 4 Tesla, por ejemplo menor que aproximadamente 7 Tesla. Preferiblemente, la intensidad del campo magnético es de aproximadamente 5 Tesla. El campo magnético es de resistencia suficiente para magnetizar partículas magnetizables en la dispersión. El efecto de magnetización puede ser de efecto permanente o temporal.

La brucita dispersada puede ser estática en el campo magnético o puede pasar a través del campo magnético en un flujo. Cuando se usa un sistema de flujo, el flujo puede tener lugar a cualquier rata adecuada, y de cualquier manera adecuada. Por ejemplo, la dispersión se puede pasar a través del campo magnético a una rata de flujo mayor que aproximadamente 10 ml s^{-1} , por ejemplo mayor que aproximadamente 15 ml s^{-1} , por ejemplo mayor que aproximadamente 20 ml s^{-1} , por ejemplo aproximadamente 25 ml s^{-1} .

El material magnético o magnetizable puede ser adecuadamente un material ferromagnético de cualquier tipo adecuado y en cualquier configuración adecuada. Por ejemplo, el material ferromagnético puede comprender hierro, níquel, cobalto o cualquier combinación de los mismos. Por ejemplo, el material ferromagnético puede ser una aleación que comprende hierro, níquel, cobalto o cualquier combinación de los mismos. La aleación también puede comprender otros materiales, por ejemplo, carbono. El material ferromagnético puede formarse preferiblemente en cualquier disposición adecuada para poner en contacto con la dispersión magnetizada de manera que las partículas magnetizadas en la dispersión se adhieran magnéticamente al material ferromagnético. Por lo tanto, se prefieren particularmente las disposiciones que dan como resultado un área de superficie de contacto grande entre la dispersión y el material ferromagnético. Por ejemplo, el material ferromagnético puede estar en forma de un tamiz o malla o una pluralidad de tamices y/o mallas. Por ejemplo, se puede usar un lecho empacado que comprende partículas que comprenden un material ferromagnético, por ejemplo partículas que están recubiertas con un material ferromagnético, por ejemplo partículas que consisten esencialmente en un material ferromagnético. Por ejemplo, el material ferromagnético puede disponerse como elementos alargados, cuya longitud puede ser sustancialmente mayor que su mayor dimensión transversal. Los elementos alargados pueden estar en una disposición ordenada, por ejemplo tejida, enrollada y/o alineada, o una disposición desordenada, por ejemplo enredada y/o enmarañada.

Se puede llevar a cabo el paso de colocación de la dispersión lo suficientemente cerca de un material magnético o magnetizable de manera que los mencionados componentes férricos de la dispersión se concentran en las proximidades del material magnético o magnetizable en una disposición estática o móvil. La disposición de movimiento implica el movimiento relativo de la dispersión y el material magnético o magnetizable, aunque no es necesario que ambos se muevan individualmente. Se prefiere que se mueva la dispersión y que el material magnético o magnetizable sea estático. Se prefiere que la dispersión está en contacto directo con el material magnético o magnetizable en un recipiente o aparato.

Después de que los componentes férricos de la dispersión se hayan concentrado como se describió anteriormente, se separan los componentes férricos del restante de la dispersión. En la disposición preferida descrita anteriormente,

la dispersión empobrecida en férrico fluye sobre y lejos de los componentes férricos adheridos al material magnético o magnetizable (por ejemplo, ferromagnético).

5 Se pueden eliminar los componentes férricos posteriormente del material ferromagnético por cualquier medio adecuado. Se pueden eliminar las partículas magnetizadas mediante agitación mecánica, o mediante tratamiento térmico o poniendo en contacto el material ferromagnético al que se han adherido las partículas magnetizadas con un lavado líquido adecuado, por ejemplo agua. Preferiblemente, se magnetizan las partículas magnetizadas temporalmente de modo que se adhieren al material ferromagnético durante el contacto de la dispersión con el material ferromagnético, pero se deshacen fácilmente después de que se ha completado el contacto.

10 Se puede disponer el material ferromagnético en cualquier recipiente adecuado. El recipiente puede, por ejemplo, ser de un material ferromagnético. El recipiente puede estar provisto con entradas y salidas y válvulas apropiadas y mecanismos de control que se puedan requerir para facilitar el proceso de beneficio. Por ejemplo, el recipiente puede tener una entrada y una salida. La entrada y/o la salida puede estar provista con una válvula u otros medios para controlar la rata de flujo del material a través del recipiente. Las válvulas u otros medios pueden estar adaptados para ser controlados a distancia, por ejemplo, mediante un equipo de control electrónico o informático.

15 Se ha encontrado que el método anterior puede conducir a una mejora sorprendente del brillo de la brucita molida.

Se puede usar cualquier método de molienda inicial adecuado, tal como se describe generalmente a continuación en los métodos de la presente invención.

20 Por ejemplo, la brucita gruesa puede triturarse y triturarse gruesamente usando procedimientos bien conocidos, y luego someterse a trituración para producir la brucita en partículas o el material de relleno que se va a procesar de acuerdo con la invención. En una realización preferida, la brucita se puede triturar y se puede moler en seco para producir un material similar a la harina adecuado como una alimentación o trituración para producir la brucita en partículas o el material de relleno.

25 Cuando se desea preparar un material de relleno de acuerdo con la presente invención, en el que la brucita en partículas está presente con uno o más de otros materiales inorgánicos en partículas, se pueden procesar juntos los diferentes materiales, por ejemplo para triturarse, tratamiento superficial, beneficio o combinaciones de los mismos. Alternativamente, los diferentes materiales también pueden mezclarse juntos después de la transformación en polvo, tratamiento superficial o beneficio.

30 La transformación en polvo es típicamente trituración o molienda húmeda. Cuando se usa la trituración, se lleva a cabo preferiblemente en la presencia de un medio de trituración en partículas adecuado. El medio de trituración en partículas puede ser de un material natural o sintético. El medio de trituración puede comprender bolas, perlas o pellas de cualquier material mineral duro, cerámico o metálico; tales materiales pueden incluir, por ejemplo, alúmina, zirconia, zirconio, silicato, silicato de aluminio o el material rico en mullita que se produce calcinando arcilla caolinítica a una temperatura en el intervalo de 1300°C a 1800°C. Alternativamente, se pueden usar partículas de arena natural de un tamaño en partículas adecuado. En una realización preferida, se usa un medio de trituración de arena o cerámica en un procedimiento de trituración en húmedo, para conseguir el tamaño de partícula deseado.

35 Generalmente, el tipo de, y el tamaño de partícula de, el medio de trituración que se va a seleccionar para usar en la invención puede depender de las propiedades, tales como, por ejemplo, el tamaño de partícula y la composición química de la alimentación de brucita que se va a triturar. Preferiblemente, el medio de trituración en partículas comprende partículas que tienen un diámetro promedio en el intervalo de 0.1 mm a 6.0 mm y, más preferiblemente, en el intervalo de 0.2 mm a 4.0 mm. Preferiblemente, el medio (o medio) de trituración puede estar presente en una cantidad de 40% a 70% en volumen de la carga; más preferiblemente en una cantidad de aproximadamente 60% en volumen de la carga.

40 La brucita gruesa que se va a moler está presente preferiblemente en una suspensión acuosa. En tal suspensión, la brucita gruesa puede estar presente preferiblemente en una cantidad de 5% a 85% en peso de la suspensión; más preferiblemente en una cantidad de 10% a 80% en peso de la suspensión. Más preferiblemente, la brucita puede estar presente en una cantidad de aproximadamente 10% a 75% en peso de la suspensión, por ejemplo aproximadamente 10 a 25%. Se pueden usar uno o más dispersantes, como los descritos anteriormente, para ayudar a la suspensión.

Los tratamientos convencionales posteriores pueden incluir deshidratación y secado, como se describe en general anteriormente.

50 Con respecto a aquellos aspectos de la invención relacionados con la formación de una composición polimérica, el polímero comprende cualquier polímero natural o sintético o una mezcla de los mismos. El polímero puede ser, por ejemplo, termoplástico o termoestable. El término "polímero" usado aquí incluye homopolímeros y copolímeros, mezclas, así como polímeros y elastómeros entrecruzados y/o enmarañados tales como cauchos naturales o sintéticos

y mezclas de los mismos. Los ejemplos específicos de polímeros adecuados incluyen, pero sin limitación a, poliolefinas de cualquier densidad tal como polietileno y polipropileno, policarbonato, poliestireno, poliéster, copolímero de acrilonitrilo-butadienoestireno, nailon, poliuretano, polímeros de etileno-acetato de vinilo, cloruro de polivinilo y cualquier mezcla de los mismos, ya sea con entrecruzamientos o sin entrecruzamientos.

5 El término "precursor" tal como se aplica al componente polimérico será fácilmente entendido por un experto en la técnica. Por ejemplo, los precursores adecuados pueden incluir uno o más de: monómeros, agentes de entrecruzamiento, sistemas de curado que comprenden agentes de entrecruzamiento y promotores, o cualquier combinación de los mismos.

10 El relleno inorgánico en partículas está presente adecuadamente en la composición polimérica de acuerdo con la presente invención en una cantidad retardante de llama, adecuadamente en una cantidad en el intervalo de carga general entre aproximadamente 5% y aproximadamente 80% en peso, y más preferiblemente entre aproximadamente 9% y aproximadamente 50% en peso.

La brucita en partículas puede estar presente -por ejemplo en el material de relleno como tal o en la composición polimérica -con uno o más de otros materiales inorgánicos en partículas.

15 El otro material inorgánico en partículas, cuando está presente, puede seleccionarse, por ejemplo, de compuestos que contienen fósforo (por ejemplo, organofosfatos o pentóxido de fósforo), compuestos que contienen boro (por ejemplo, ácido bórico y boratos metálicos tales como borato de sodio, metaborato de litio, tetraborato de sodio o borato de zinc), sales metálicas, hidróxidos metálicos (por ejemplo, gibbsita, trihidróxido de alúmina (ATH) precipitado o molido, hidróxido de magnesio sintético), óxidos metálicos (por ejemplo, dióxido de plomo, óxido de antimonio), hidratos de
20 los mismos (por ejemplo, decahidrato de tetraborato de sodio), fuentes minerales de cualquiera de los anteriores, ya sea en forma nativa o al menos parcialmente refinada, organoarcillas (por ejemplo, arcillas esmécticas tales como bentonita, montmorilonoides tales como montmorillonita, talco, pirofilita, hectorita, vermiculita, perlita, saponita y formas de intercambio iónico de las mismas, formas de intercambio iónico adecuadas que incorporan cationes seleccionados de amonio cuaternario y iones alquilimidazolio), arcillas de caolín, otras arcillas que no son de caolín
25 (por ejemplo, como se describe en el Capítulo 6 de "Clay Colloid Chemistry" de H. van Olphen, (Interscience, 1963); más específicamente: una o más de; illitas; otras caolinitas como dickita, nacrita y halloysita, cloritos, atapulgita y sepiolita), y cualquier combinación de los mismos, típicamente ácido bórico, un borato de metal y cualquier combinación de los mismos.

30 El uno o más materiales inorgánicos diferentes pueden tener adecuadamente propiedades retardantes de llama y estar presentes con el hidróxido de magnesio natural en partículas en una cantidad retardante de llama. Los componentes preferidos de este tipo son ATH triturado y precipitado.

El material de relleno o la composición polimérica preparada de acuerdo con la presente invención puede incluir uno o más componentes opcionales retardantes de llama y/o no retardantes de llama diferentes, preferiblemente seleccionados de los eliminadores de calor orgánicos convencionales tales como hidrocarburos halogenados (por
35 ejemplo, oligómeros de carbonato halogenados, óxidos de fenilo halogenados, alquien-bis-ftalidimidias halogenadas y diglicil éteres halogenados), opcionalmente junto con óxidos metálicos (por ejemplo, óxido de antimonio) y aditivos convencionales para polímeros, por ejemplo pigmentos, colorantes, antidegradantes, antioxidantes, modificadores de impacto (por ejemplo, copolímeros de injerto núcleo-concha), rellenos (por ejemplo, talco, mica, wollastonita, vidrio o una mezcla de los mismos), agentes deslizantes (por ejemplo, erucamida, oleamida, linoleamida o esteramida),
40 agentes de acoplamiento (por ejemplo, agentes de acoplamiento de silano), peróxidos, agentes antiestáticos, aceites minerales, estabilizadores, potenciadores de flujo, agentes de desmoldeo (por ejemplo, estearatos de metal tales como estearato de calcio y estearato de magnesio), agentes de nucleación, agentes de clarificación y cualquier combinación de los mismos.

45 Tales componentes se usan adecuadamente en cantidades totales entre aproximadamente 1% y aproximadamente 70% en peso total del componente de relleno, y más preferiblemente entre aproximadamente 5% y aproximadamente 50% en peso, por ejemplo hasta aproximadamente 30% en peso.

El agente de acoplamiento, cuando está presente, sirve para ayudar a la unión de las partículas de relleno al polímero. Los agentes de acoplamiento adecuados serán fácilmente evidentes para aquellos expertos en la técnica. Los
50 ejemplos incluyen silanos o titanatos orgánicos tales como viniltrietoxisilano, tri-(2-metoxietoxi)vinilsilano, viniltriacetilsilano, tetraisopropiltitanato, tetra-n-butil-titanato y similares. El agente de acoplamiento está presente típicamente en una cantidad de aproximadamente 0.1% a aproximadamente 2% en peso, preferiblemente aproximadamente 1% en peso, con base en el peso del relleno en partículas total.

La preparación de las composiciones poliméricas de la presente invención se puede llevar a cabo mediante cualquier método de mezcla adecuado conocido en la técnica, como será fácilmente evidente para los expertos en la técnica.

Dichos métodos incluyen la mezcla en seco de los componentes individuales o precursores de los mismos y el procesamiento posterior de manera convencional.

5 En el caso de composiciones poliméricas termoplásticas, dicho procesamiento puede comprender el mezclado en estado fundido, ya sea directamente en un extrusor para hacer un artículo a partir de la composición, o mezclado previamente en un aparato de mezclado por separado tal como un mezclador Banbury. Las mezclas secas de los componentes individuales pueden alternativamente moldearse por inyección de manera directa sin mezclar previamente.

10 El material de relleno preparado de acuerdo con la presente invención puede, cuando incluye más de un componente, prepararse mezclando íntimamente juntos los componentes de los mismos. El mencionado material de relleno se mezcla luego de manera adecuada en seco con el polímero y cualquier componente adicional deseado, antes del procesamiento como se describió anteriormente.

15 Para la preparación de composiciones poliméricas entrecruzadas o curadas, la mezcla de componentes no curados o sus precursores se pondrá en contacto adecuadamente bajo condiciones adecuadas de calor, presión y/o luz con una cantidad efectiva de cualquier agente de entrecruzamiento adecuado o sistema de curado, de acuerdo con la naturaleza y cantidad del polímero usado, con el fin de entrecruzar y/o curar el polímero.

20 Para la preparación de composiciones poliméricas en las que el material de relleno está presente in situ en el momento de la polimerización, se pondrá en contacto preferiblemente la mezcla de monómeros y cualquier otro precursor de polímero deseado, relleno y cualquier otro componente bajo condiciones adecuadas de calor, presión y/o luz, de acuerdo con la naturaleza y cantidad de los monómeros usados con el fin de polimerizar los monómeros con el material de relleno y otros componentes in situ.

25 Las composiciones poliméricas pueden procesarse para formar, o incorporarse a, artículos de comercio de cualquier manera adecuada. Tal procesamiento puede incluir moldeo por compresión, moldeo por inyección, moldeo por inyección asistido por gas, calandrado, formado al vacío, termoformado, extrusión, moldeo por soplado, estiramiento, hilado, formación de película, laminado o cualquier combinación de los mismos. Se puede usar cualquier aparato adecuado, como será evidente para un experto en esta técnica.

30 Los artículos que pueden formarse a partir de las composiciones son muchos y diversos. Los ejemplos incluyen fundas para cables eléctricos, cables eléctricos recubiertos o enfundados con la composición polimérica y carcasas y componentes plásticos para aparatos eléctricos (por ejemplo, computadoras, monitores, impresoras, fotocopiadoras, teclados, buscapersonas, teléfonos, teléfonos móviles, ordenadores portátiles, interfaces de redes, plenums y televisores). También se pueden formar superficies de trabajo retardantes de fuego, por ejemplo encimeras de trabajo en mostradores, a partir de una composición polimérica retardante de llama de acuerdo con la presente invención.

35 La fracción de tamaño de partícula de brucita molida útil para componentes eléctricos retardantes de fuego puede estar adecuadamente en el intervalo inferior a 106 μm y superior a 38 μm (-106 μm + 38 μm). La fracción de tamaño de partícula de la brucita molida útil para encimeras de trabajo en mostradores retardantes de llama puede estar adecuadamente en el intervalo inferior a 53 μm y mayor a 38 μm (-53 μm + 38 μm).

Ejemplos de la invención

Los siguientes ejemplos no limitantes se incluyen con el propósito de una explicación e ilustración adicionales de la presente invención.

Ejemplo 1: molienda con alto contenido de sólidos de brucita

40 Se trituraron primero los grumos grandes de brucita usando una trituradora de mandíbulas Glen Creston 18-501 para producir pequeñas virutas de aproximadamente 20 mm de diámetro efectivo o más pequeñas. A continuación se pasaron éstas virutas a través de un molino Christy Norris para obtener un polvo grueso de menos de 0.5 mm. El polvo grueso se trituró finalmente usando un molino Raymond para obtener polvo fino de brucita que tiene un 75% en peso menos que 53 μm .

45 Ejemplo 1A - Experimento a partir de brucita Kuldur

50 Se prepararon en primer lugar grumos grandes de brucita Kuldur como se describió anteriormente. La molienda de arena se llevó a cabo a continuación en un molino de arena a escala de banco que tenía una velocidad de rotación de eje de 1500 rpm. Se usó BTC2 (poliacrilato de sodio, aproximadamente 40% de actividad) como dispersante. Para esto, se disolvieron 18.3 g de BTC2 (1% de BTC2 activo) en agua para obtener 125 g de solución dispersante. Se tomaron brucita (733 g) y medio de molienda en partículas de 16-20 Carbolita® (1.5 kg) en un recipiente pequeño de molienda. Al comienzo, se tomaron 245 g de agua y 37.5 ml de la solución dispersante. A medida que avanzaba la

5 molienda, se añadieron 12 ml de la solución de dispersante cada 2.5 minutos. Más tarde, se agregaron 190 ml de agua según fuera necesario. Se llevó a cabo la molienda hasta que se impartió la energía deseada. Se detuvo el molino y se inclinó la mezcla sobre un tamiz vibratorio (malla 25). Se recogió la pasta de brucita y se probó su contenido sólido usando un Analizador de humedad de Sartorius MA30® y para viscosidades usando un viscosímetro Brookfield®.

La muestra de molienda tenía las siguientes características:

Contenido de humedad: 35% (65% de sólidos);

Viscosidades:

T₀: 1032mPa.s;

10 T₁: 1380mPa.s;

T₂₄: 1880mPa.s.

Nivel de fibra;

Brucita molida: 0.004 fibras ml⁻¹ de aire a un nivel total de polvo de 10 mg m⁻³;

Brucita triturada: 0.001 fibras ml⁻¹ de aire a un nivel total de polvo de 10 mg m⁻³.

15 El límite aceptado para crisotilo es 0.3 fibras ml⁻¹ de aire.

Ejemplo 1B - Forma de inicio de experimento de brucita Jiguanshan

20 Se prepararon primero grumos grandes de brucita Jiguanshan como se describió anteriormente. Se llevó a cabo la molienda de arena con alto contenido de sólidos en un molino de arena a escala de banco que tenía una velocidad de rotación del eje de 1500 rpm. Se tomaron brucita (733 g) y 16-20 Carbolita® (1.5 kg) en un pequeño recipiente de molienda de arena. A esto, se agregaron agua y dispersantes, o solo agua según fuera necesario durante la molienda, como se establece en la Tabla 1 a continuación. Se llevó a cabo la molienda hasta que se impartió la energía deseada, como se establece en la Tabla 1A. Se detuvo el molino y se inclinó la mezcla sobre un tamiz vibratorio (malla 25). Se recogió la pasta de brucita y se probó según los parámetros establecidos en la Tabla 1. Se midió el contenido de sólidos usando un Analizador de humedad Sartorius MA30®. Se midió el área superficial de acuerdo con el método BET usando un Instrumento Tristar (Micromeritics) que incluye un Flowprep 060. Para las mediciones del área superficial, se usó nitrógeno como el adsorbido junto con el helio como el vehículo. Se desgasificaron las muestras a 180°C antes de la prueba. Se realizaron las mediciones de d₅₀ usando un método de sedimentación; y brillo como se describió anteriormente. Las muestras de los procedimientos de prueba 8, 9, 10 y 11 se probaron para la viscosidad en el tiempo = 0, 1 y 24 horas usando un viscosímetro Brookfield. Los resultados de las pruebas de viscosidad se muestran en la Tabla 1B. T₀ = viscosidad en el tiempo = 0 horas; T₁ = viscosidad en el tiempo = 1 hora; T₂₄ = viscosidad en el tiempo = 24 horas.

Se usaron los siguientes dispersantes para el experimento:

- Calgon® 10% activo
- BTC2® (aproximadamente 40% activo)
- 35 • Se produjo un dispersante J70 (70% de poliacrilato de sodio neutralizado) titulando Jaypol 1183® (aproximadamente 30% de sodio neutralizado) con hidróxido de sodio (solución al 50% en peso). Cuando se probó, se encontró que el producto final tenía 69.7% de neutralización, 4.73 de poliacrilato mol/kg de concentración y 44.5% de actividad expresada como NaPAA.

Tabla 1A

	Procedimiento experimental	Nota	Agua total + dispersante (g)	Tiempo de molienda (min)	Energía (kWh/ton)	$d_{50}(\mu\text{m})$	Área superficial (m^2/g)	Brillo violeta	Brillo amarillo
1	Se mezclaron y añadieron 73.4g de Calgon, 7.32g de BTC2 y 163g de agua al principio. Se añadieron 263g de agua durante la molienda.	1% de Calgon 0.4% de BTC2	506	60	350	N/A	N/A	N/A	N/A
2	Se mezclaron y añadieron 73.4g de Calgon, 18.3g de BTC2 y 152g de agua al principio. Se añadieron 236g de agua durante la molienda.	1% de Calgon activo, 1% de BTC2 activo	480	52	350	N/A	N/A	N/A	N/A
3	Se mezclaron y añadieron 18.3g de BTC2 y 226g. Se añadieron 224g de agua durante la molienda.	1% de BTC2 activo, similar a 4	469	37	350	1.13	14.46	92.5	2.3
4	Se mezclaron y añadieron 18.3g de BTC2 y 226g de agua al principio. Se añadieron 221g de agua durante la molienda.	1% de BTC2 activo, similar a 3	465	40	350	1.07	13.41	N/A	N/A
5	Se mezclaron y añadieron 27.5g de BTC2 y 216g de agua al principio. Se añadieron 222g de agua durante la molienda.	1.5% de BTC2 activo	466	43	350	1.15	N/A	93.0	2.1
6	Se mezclaron y añadieron 18.3g de BTC2 y 226g de agua al principio. Se añadieron 455g de agua durante la molienda.	Mayor energía de molienda	699	70	500	0.82	N/A	92.7	2.3
7	Se añadieron 244g de agua al principio. Se llevaron 18.3g de BTC2 hasta 125g con agua y se añadieron en dosificaciones hasta 33 minutos. A continuación se añadieron 253g de agua durante la molienda.	1% de BTC2 activo, Adición incremental de agua	622	45	350	1.07	N/A	92.7	2.3
8	Se añadieron 244g de agua al principio. Se llevaron 18.3g de BTC2 hasta 125g con agua, de los cuales se añadieron 37.5g al principio. El restante fue añadido en dosificaciones de 15g hasta 24 minutos, se añadieron 55g de agua durante la molienda.	1% de BTC2 activo, Adición incremental de agua, similar a 12	424	56	350	0.85	13.31	93.5	1.9
9	Se añadieron 244g de agua al principio. Se llevaron 16.5g de J70 hasta 125g con agua, de los cuales se añadieron 37.5g al principio. El restante fue añadido en dosificaciones de 12g hasta 30 minutos. Se añadieron 55g de agua durante la molienda.	1% de J70 activo, Adición incremental de agua, 9, 10 & 11 son iguales	424	46	350	1.00	15.59	93.5	2.0
10	Se añadieron 44g de agua al principio. Se llevaron 16.5g de J70 hasta 125g con agua, de los cuales se añadieron 37.5g al principio. El restante fue añadido en dosificaciones de 12g hasta 30 minutos. Se añadieron 55g de agua durante la molienda.	1% de J70 activo, Adición incremental de agua, 9, 10 & 11 son iguales	424	42	350	0.68	17.26	92.0	2.3
11	Se añadieron 44g de agua al principio. Se llevaron 16.5g de J70 hasta 125g con agua, de los cuales se añadieron 37.5g al principio. El restante fue añadido en dosificaciones de 12g hasta 30 minutos. Se añadieron 55g de agua durante la molienda.	1% de J70 activo, Adición incremental de agua, 9, 10 & 11 son iguales	424	42	350	0.65	20.85	92.5	2.2
12	Se añadieron 244g de agua al principio. Se llevaron 18.3g de BTC2 hasta 125g con agua, de los cuales se añadieron 37.5g al principio. El restante fue añadido en dosificaciones de 12g hasta 30 minutos. Se añadieron 90g de agua durante la molienda.	1% de BTC2 activo, Adición incremental de agua, Similar a 8	459	45	350	0.65	N/A	92.6	2.1

N/A = No Analizado

Tabla 1B - Viscosidades de pastas de brucita

No.	Dispersante	d ₅₀ (μm)	73 % en peso de sólido				70 % en peso de sólido			
			Contenido sólido medido	T ₀ (mPas)	T ₁ (mPas)	T ₂₄ (mPas)	Contenido sólido medido	T ₀ (mPas)	T ₁ (mPas)	T ₂₄ (mPas)
8	1% BTC2	0.85	73.35	415	720	2900	69.98	420	660	600
9	1% J70	1.00	73.46	305	420	2200	69.83	310	450	380
10	1% J70	0.68	73.63	555	960	3950	69.70	530	760	720
11	1% J70	0.68	73.54	705	1280	5000	70.01	630	990	1040

Los procedimientos de prueba 1 y 2 en la tabla anterior muestran que el Calgon no es un dispersante adecuado para una molienda alta de brucita. El producto final obtenido fue altamente viscoso.

- 5 La comparación entre los procedimientos de prueba 8 y 12 (BTC como dispersante) frente al Experimento 9-11 (J70 como dispersante) muestra que BTC2 y J70 funcionan igual de bien. En ambos casos, el tamaño de partícula (d₅₀) del producto final y las viscosidades de la suspensión son bastante comparables.

- 10 La comparación entre los procedimientos de prueba 3, 4, 7, 8 y 12 muestra que se obtienen los mejores resultados en términos de tamaño de partícula cuando se agrega el 33% del dispersante al comienzo de la molienda y el restante durante la molienda. La inspección visual de la pasta durante la molienda también mostró un mejor flujo cuando se añadió el dispersante en cuotas.

A partir de los resultados, se puede concluir que:

1. Parece posible llevar a cabo una molienda con alto contenido de sólidos de brucita.
2. Entre los diferentes dispersantes probados, poliacrilato de sodio semineutralizado (J70) y BTC2 dieron el mejor rendimiento.
3. Se obtuvieron los mejores resultados cuando se agregó el 33% del dispersante al comienzo y el restante en el primer período de molienda de media hora.
4. La viscosidad de la pasta al 70% en peso y al 73% en peso estaba dentro de los límites aceptables.

Ejemplo 1C - Efectos del pH y del dispersante en la redispersión de la arenisca de brucita

- 20 Se preparó una muestra de arenisca de brucita a 200 kWh/T, con nombre en código Brucita SG 200, que tiene las siguientes propiedades:

Muestra	Sedigraph d ₅₀ (μm)	Cilas d ₅₀ (μm)	ISO				
			Vio	Ama	L*	A*	B*
Brucita SG 200	0.65	1.62	92.9	1.3	97.6	0.11	0.77

Efecto del pH sobre la dispersión de brucita.

- 25 Se mezcló arenisca de brucita (25 g) con 475 g de agua destilada, y se sometió a 30 segundos de mezcla de Silverson. Esto se dividió posteriormente en 5 alícuotas. El pH natural de esta brucita en agua destilada fue pH 9.9. Las adiciones de hidróxido de amonio y ácido sulfúrico variaron el pH de la brucita. Se evaluó el estado de dispersión después de haber transcurrido un período de 30 minutos. Si había un nivel visible de floculación de brucita con sobrenadante claro, esto se clasificó como "floculado". Si después de 30 minutos no había un sobrenadante transparente, la pasta parecía

uniforme en densidad y había un residuo, entonces esto se clasificó como "desfloculado". La Tabla 2 resume los hallazgos.

Tabla 2. Efecto de pH tras la dispersión de la brucita fina

pH de Brucita	Estado de dispersión
7.9	floculado
8.5	floculado
9.9	floculado
10.5	floculado
11.0	floculado

5 Los resultados muestran que el pH de la pasta de brucita no tiene efectos obvios sobre el estado de dispersión. La cantidad de sobrenadante claro fue la misma para las cinco muestras.

Se probaron dispersantes de poliacrilato y hexametáfosfato, tanto individualmente como juntos.

Efecto de poliacrilato sobre la dispersión de brucita.

10 Se investigaron dos poliacrilatos, el poliacrilato de sodio DP2695 (Ciba) y el poliacrilato de amonio A40 (M&J Polymers). Estos se agregaron gradualmente a la brucita. La arenisca de brucita tenía su pH natural de 9.9. La arenisca de brucita (25 g) se mezcló con 475 g de agua destilada y se sometió a 30 segundos de mezcla de Silverson. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Efecto de poliacrilato tras la dispersión de la brucita fina.

% en peso de dosificación de poliacrilato	Estado de dispersión	
	DP2695	A40
0.1	floculado	floculado
0.2	floculado	floculado
0.4	floculado	
0.6	floculado	
0.8		
1.2	desfloculado	
1.6	desfloculado	floculado
2.0	desfloculado	
2.4		desfloculado

% en peso de dosificación de poliacrilato	Estado de dispersión	
	DP2695	A40
3.0		
4.0		

Se puede ver que la brucita se puede dispersar usando ya sea 1.2% en peso de DP2695 o 2.4% en peso de A40.

Efecto del hexametáfosfato de sodio (Calgon) sobre la dispersión de brucita.

5 La arenisca de brucita se mezcló con agua destilada y se sometió a 30 segundos de mezcla de Silverson. La brucita tenía su pH natural de 9.9.

Se añadieron diversas dosificaciones de Calgon a cada pasta y se dejaron reposar durante 30 minutos. La Tabla 4 resume los resultados.

Tabla 4. Efecto del hexametáfosfato de sodio sobre la dispersión de brucita fina.

% en peso de la dosificación de Calgon	Estado de dispersión
0.1	Floculado
0.2	Floculado
0.4	Floculado
0.6	Floculado
1.2	Desfloculado
1.6	Desfloculado
2.0	Desfloculado

10 Estos resultados muestran que una dosificación de 1.2% en peso de hexametáfosfato de sodio dispersará la brucita fina. Estudios adicionales podrían reducir esta dosificación (entre 0.6 y 1.2% en peso).

Efecto del hexametáfosfato de sodio (Calgon) y poliacrilato de sodio (DP2695) tras la dispersión de brucita

La arenisca de brucita de arena se mezcló con agua destilada y se sometió a 30 segundos de mezcla de Silverson. La brucita tenía su pH natural de 9.9.

15 Se añadieron diversas dosificaciones de Calgon y DP2695 a cada pasta y se dejaron reposar durante 30 minutos. La Tabla 5 resume los resultados.

ES 2 674 073 T3

Tabla 5. Efecto del hexametáfosfato de sodio (Calgon) y DP2695 sobre la dispersión de brucita.

% en peso de dosificación de DP2695	% en peso de dosificación de Calgon	Estado de dispersión
1.2	0.6	Desfloculado
	0.8	Desfloculado
	1.0	Desfloculado
	1.2	Desfloculado
0.8	0.6	Desfloculado
	0.8	Desfloculado
	1.0	Desfloculado
	1.2	Desfloculado
0.6	0.6	Desfloculado
	0.8	Desfloculado
	1.0	Desfloculado
	1.2	Desfloculado
0.4	0.6	Desfloculado
	0.8	Desfloculado
	1.0	Desfloculado
	1.2	Desfloculado
0.2	0.6	Floculado
	0.8	Floculado
	1.0	Floculado
	1.2	Floculado
0.1	0.6	Floculado
	0.8	Floculado
	1.0	Floculado
	1.2	Floculado

Se puede ver que una combinación de DP2695 y Calgon proporciona buena dispersión a dosificaciones relativamente bajas, es decir, la dosificación más baja del sistema dual fue 0.4% en peso de DP 2695 y 0.6% en peso de Calgon.

Conclusiones

5 Los cuatro sistemas de dispersión estudiados aquí produjeron una pasta dispersa a una cierta dosificación pero la pasta dispersa en cada caso no produjo un sedimento duro que es característico de un sistema bien dispersado. Se puede concluir que:

10 (a) la brucita fina no se dispersará naturalmente en el intervalo de pH cubierto en este estudio; (b) el poliacrilato de sodio dispersará la brucita fina a una dosificación de 1.2% en peso; (c) el poliacrilato de amonio puede dispersar la brucita pero se requiere una dosificación alta, por ejemplo, aproximadamente 2.4% en peso; (d) el hexametáfosfato de sodio (Calgon) deflocula la brucita fina a una dosificación de 1.2% en peso; (e) una combinación de DP2695 y Calgon dispersa la brucita fina; y (f) se puede investigar la molienda y el refinado con alto contenido de sólidos usando una Brucita dispersada.

Ejemplo 2: clasificación de hidrociclones de brucita triturada

Preparación de brucita

15 La brucita china (Liujiahe) de Dandong Jinjuan Mineral Company Ltd, China, había sido previamente baja en sólidos, químicamente libre, Carbolita húmeda molida a 200kWh/tonelada de entrada de energía. Las propiedades de esta brucita húmeda molida se pueden encontrar en la Tabla 6.

Tabla 6. Propiedades de brucita

Muestra	Vio ISO	Ama ISO	CILAS d ₅₀ (mm)	BET m ² /g	SEDIGRAPH d ₅₀ (µm)
200kWh/t	91.2	2.0	2.2	14.1	0.7

20 Se dispersó esta brucita fina mediante adición de una mezcla de poliacrilato sódico al 1% en peso y Calgon al 1% en peso. Esto se requirió para poder medir el tamaño de partícula de la brucita.

Clasificación de hidrociclones

25 La clasificación de la brucita se llevó a cabo usando un equipo de hidrociclón a pequeña escala. Se usaron cada vez 25 litros de brucita molida baja en sólidos, sin dispersar, al 18,5% en peso. Esta brucita molida fue sometida a varios regímenes de ajuste de ciclones. Se varió el tamaño del ciclón, así como las configuraciones de buscador de vórtice y espita.

Los parámetros se resumen en la Tabla 7.

Se pasó la brucita a través del hidrociclón y se analizaron tanto el exceso de flujo como el flujo inferior. Se midió la rata de flujo y el contenido de sólidos de ambas corrientes.

30 Tabla 7. Parámetros de hidrociclón

Tamaño del hidrociclón	Buscador de vórtice	Espiga
2 pulgadas	14.3	6.3
1 pulgada	5.5	5.1
1 pulgada	5.5	3.3

Tamaño del hidrociclón	Buscador de vórtice	Espiga
1 pulgada	3.0	4.5
1 pulgada	3.0	3.3
1 pulgada	3.0	2.2
10 pulgadas	Fijado	

Resultados

Las tablas 8 y 9 muestran los resultados de pasar la brucita a través de los hidrociclones de 2 pulgadas y 1 pulgada. La Tabla 1 muestra los resultados de pasar la brucita a través del hidrociclón de 10 mm.

5 La Tabla 8 muestra los pases iniciales a través del equipo de hidrociclones. No se midieron las ratas de flujo, ya que estos experimentos iban a investigar si se podía lograr una separación libre de dispersantes. Los resultados muestran que hubo una diferencia definitiva entre las sobrecorrientes y las corrientes inferiores para las tres condiciones experimentales empleadas. Las sobrecorrientes eran todas más finas que el material de alimentación y las corrientes inferiores era más gruesa que el material de alimentación.

10 Las tablas 9 y 10 muestran adicionalmente el % de división de volumen entre el la corriente inferior y la sobrecorriente de cada experimento, así como también las ratas de flujo. De nuevo, se observan las mismas tendencias para las dos corrientes de flujo que se encuentran en la Tabla 8.

15 Se puede ver que el "pase del 100%" puede reducirse de 18 μm que pasa al 100% para la alimentación a 12 μm que pasa al 100%. Este valor muestra que el corte superior se puede reducir bastante considerablemente con el hidrociclón (18 μm a 12 μm).

Conclusiones

Se concluye que la brucita se puede pasar a través de un hidrociclón libre de dispersantes, que se pueden hacer separaciones significativas usando un hidrociclón de laboratorio, y que se puede alterar el tamaño máximo usando un hidrociclón.

Tabla 8

	SEDIGRAPH							Espiga	Buscador de vortice	Espiga	CILAS						PASO	d ₅₀			
	% en peso más fino que										% en peso más fino que							100%	µm	µm	d ₉₀
	10	5	2	1	0.5	0.25	% en peso de sólidos				10	5	2	1	0.5	0.2		18	2.28	6.46	
ALIMENTAR	99.2	98.6	87	60.9	36.2	22.5	18.8				97.7	82.5	44.8	20.5	7	2.1	18	2.28	6.46		
2° O/F	99.8	99.3	89.7	61.9	33.2	21.3	19.3	6.3	14.3	6.3	98	83.8	45.5	20.8	7.4	2.22	15	2.23	6.2		
2° U/F	96.2	94.8	83.3	56.8	32.8	20.1	20.2	6.3	14.3	6.3	96.7	80.4	42.2	18.9	6.5	2	18	3.21	6.76		
1° O/F	99.9	99	88.8	62.3	36.7	23.1	18.2	5.1	5.5	5.1	98.3	85.2	46.9	21.4	7.3	2.2	15	2.15	5.92		
1° U/F	98.6	97.8	86.3	58.3	34.4	21.5	19.5	5.1	5.5	5.1	96.4	80.1	41.9	18.7	6.4	1.9	18	2.45	6.87		
1° O/F	99.8	99.6	91.4	65.3	32.2	19.8	18.4	3.3	5.5	3.3	99.4	85.7	47	21.9	7.7	2.3	12	2.15	5.77		
1° U/F	98.7	97.5	89.6	64.9	28	17.7	19.8	3.3	5.5	3.3	96.3	79.9	41.8	18.7	6.3	1.9	18	2.46	6.89		

Tabla 9

	SEDIGRAPH							Flujo'	% en vol	Buscador de vórtice	Espiga	CILAS						paso	d ₅₀	d ₉₀
	% en peso más fino que											% en peso más fino que								
	10	5	2	1	0.5	0.25	% en peso de sólidos	ml/min	división			10	5	2	1	0.5	0.2	100%	µm	µm
ALIMENTAR	99.2	98.4	87.2	57.9	32.7	18.8	18.2					97.3	82.5	44	19.9	7.2	2.1	18	2.31	6.37
1 ^o O/F	99.8	98.8	86.8	60.2	35.3	21	16.7	1280	11.3	3	4.5	97.9	82.1	44.8	20.6	7.5	2.3	15	2.27	6.5
1 ^o U/F	99.4	98.4	87.2	59.5	34.9	21.2	19	10000	88.7	3	4.5	97.1	82.6	44.1	20	7.4	2.2	18	2.3	6.35

1 ^o O/F	97.8	98.1	84.2	59.1	33.1	18	18.1	1760	21.4	3	3.3	98.4	86.2	46.9	21	7.4	2.1	15	2.14	5.75
1 ^o U/F	99.4	98.7	85.9	58.2	33.6	21.2	18.9	6480	78.6	3	3.3	98.1	82.5	44	19.9	7.1	2.2	15	2.31	6.33
1 ^o O/F	100	99	87.9	58.9	32.5	20.4	17.1	5600	70	3	2.2	98.1	84.5	46.1	21.1	7.7	2.3	15	2.19	6.09
1 ^o U/F	98	96.8	85.7	59.4	35.2	21	18.6	2400	30	3	2.2	96.5	79.6	40.6	18.1	6.6	2	18	2.52	6.84

Tabla 10

	SEDIGRAPH							Flujo'	% en vol	Buscador de vórtice	Espiga	CILAS						paso	d ₅₀	d ₉₀
	% en peso más fino que											% en peso más fino que								
	10	5	2	1	0.5	0.25	% en peso de sólidos	ml/min	división			10	5	2	1	0.5	0.2	100%	µm	µm
ALIMENTAR	99.4	97.6	83.8	62.5	39.2	22.3	16.1					97.1	82.7	45.2	20.6	7	2.1	18	2.26	6.38
O/F	99.7	99.1	87.6	66.4	42.9	24	15.3	2760	67			98.4	86.4	48.2	22.3	8.2	2.4	15	2.08	5.71
U/F	98.3	96	80.3	58.1	36.3	21.2	17.8	1380	33			96	77.5	39.8	17.8	6	1.8	18	2.61	7.35

5 **Ejemplo 3 - Beneficio magnético de brucita triturada (de acuerdo con la invención) y estudios comparativos**

Se evaluaron inicialmente tres brucitas, identificadas como "Grisácea", "Negra" y "Marrón", de la Dandong Jinshan Mineral Company (Jiguanshan, Fengcheng, provincia de Liaonin, China) según el contenido de fibra de asbesto. Los hallazgos, que se muestran en la Tabla 11 a continuación, indican que tanto la brucita Grisácea como Negra exceden el límite aceptable de 0.3 fibras/ml.

10

Tabla 11 - Niveles de fibra de brucitas

Muestra	Niveles de fibra (fibra/ml de aire a un nivel de polvo de 10 mg/m ³)
Grisácea	Aproximadamente 1.2
Negra	Aproximadamente 5.2
Marrón	0.189

En este ejemplo, las posibilidades de reducir los niveles de fibra en las brucitas se exploran mediante molienda en seco, molienda en medios húmedos y separación magnética.

Preparación de la muestra

15 Este estudio usó las brucitas Grisáceas y Negras (la brucita Marrón ya estaba dentro del nivel de fibra aceptable). Estas fueron inicialmente aplastadas por la mandíbula y luego se molió por Raymond para producir un polvo fino para usar como alimento en el molino húmedo y para pasar a través del imán superconductor. Estas dos brucitas excedieron

ES 2 674 073 T3

el nivel de fibra de trabajo seguro. Se siguieron estrictos procedimientos de salud y seguridad para reducir el riesgo de exposición.

Molienda de medios agitados

5 Se molieron las brucitas Negras y Grisáceas usando medios cerámicos de Carbolita (grado 16/20) con una entrada de trabajo de 200kWh/T. La receta para la molienda fue: 13kg de medios de Carbolita 16/20; 1224 g de brucita triturada de Raymond; 4322 g de agua del grifo.

Las brucitas se cribaron a 53 mm, antes de la filtración y el secado a 80°C.

Separación magnética

10 Se hicieron las brucitas trituradas y molidas en húmedo con Raymond en pastas de contenidos sólidos al 12% en peso usando agua del grifo. A cada una de las pastas se añadió BTC2 al 1% en peso (poliacrilato de sodio) y Calgon al 1 % en peso (hexametafosfato de sodio) como dispersantes. Los dispersantes proporcionaron una dispersión adecuada para las pastas.

15 Se pasaron las pastas de brucita dispersas a través del imán superconductor piloto en la planta piloto de Gothers. El imán se configuró para producir un campo magnético de 5 Tesla y un rata de flujo de pasta de 1464 ml por minuto. Estas condiciones imitan las condiciones de la planta a gran escala.

Después de la magnetización, se pasaron las pastas dispersas una vez a través de un bote lleno de lana de alambre, y luego se recogió el producto de imán y el material magnético. Las dos fracciones diferentes se analizaron para determinar color, tamaño de partícula y contenido de fibra.

Resultados

20 La Tabla 12 resume las propiedades ópticas y físicas de las brucitas separadas magnéticamente. RM = molienda con Raymond. SG = arenisca de brucita. "Como rec'd" = Tal como se recibió (es decir, material de partida sin procesar obtenido de la empresa minera).

25 Las recuperaciones son pobres para el material molido con Raymond. Esto podría deberse a un proceso de separación física con la lana de alambre que actúa como un filtro. Esto dio una ganancia de 2-3 unidades en brillo de polvo ISO. Las recuperaciones de aproximadamente el 90% para el material molido húmedo dieron ganancias de 1-2 unidades en brillo ISO. El área de superficie BET muestra que para los materiales molidos húmedos, el producto es más fino que la alimentación, que indica que el material grueso está siendo extraído por el imán.

Tabla 12 - Propiedades de brucitas magnetizadas

Muestra	Fracción	% en peso de recuperación	Vio ISO	Ama ISO	BET m ² /g	SEDIGRAPH d ₅₀ (mm)	CILAS d ₅₀ (mm)
Brucita gris RM	Como rec'd	100	92.6	1.0	3.3		
	Producto	44.0	94.5	1.0			3.2
	Magnéticos	56.0	89.6	1.8		4.0	6.9
Brucita gris SG	Como rec'd	100	93.6	0.9	14.1		
	Producto	91.6	94.6	1.2	18.0	0.5	1.9
	Magnéticos	8.4	84.0	4.0	9.0		

ES 2 674 073 T3

Muestra	Fracción	% en peso de recuperación	Vio ISO	Ama ISO	BET m ² /g	SEDIGRAPH d ₅₀ (mm)	CILAS d ₅₀ (mm)
Brucita negra RM	Como rec'd	100	89.3	0.8	3.5		
	Producto	41.8	92.9	0.9		7.0	3.6
	Magnéticos	58.2	87.5	1.5	2.4	4.0	5.5
Brucita negra SG	Como rec'd	100	91.7	0.9	13.6		
	Producto	88.6	93.6	1.2	15.9	0.6	1.6
	Magnéticos	11.4	83.6	2.0	7.9		

Se analizaron ciertas muestras por microscopía para contenido de fibra. Los resultados se muestran en la Tabla 13.

Tabla 13 - Niveles de fibra de brucitas procesadas

Muestra	Niveles de fibra (fibra/ml de aire a un nivel de polvo de 10 mg/m ³)
Grisácea como rec'd	1.2
Molienda con Raymond Grisácea	1.2
Molienda con Raymond Grisácea, producto magnetizado	1.9
Grisácea como rec'd	1.2
Grisácea SG 200kWh/t	0.46
Grisácea SG 200kWh/t, producto magnetizado	0.64
Negra como rec'd	5.2
Negra SG 200 kWh/t	1.6
Black SG 200 kWh/t, producto magnetizado	1.7

- 5 Estos resultados muestran que en la molienda con Raymond, la brucita Grisácea no reduce el contenido de fibra. La molienda húmeda con Carbolita tiene un efecto sobre las fibras. Los niveles de fibra se pueden reducir hasta en un 70% cuando se muele a 200kWh/t. Sin embargo, la molienda no reduce el nivel de fibra dentro de los límites de trabajo seguro. La separación magnética de ya sea el material molido de Raymond o el material molido de los medios húmedos no parece reducir el nivel de fibra de asbesto.

Conclusiones

5 La molienda de Carbolita (200kWh/tonelada) parece reducir el nivel de fibra de asbesto en brucita de Dandong Jinshan hasta en un 70%. La molienda de Raymond parece no tener ningún efecto sobre los niveles de fibra dentro de las muestras. La separación magnética del material molido de Raymond o el material molido de Carbolita no parece reducir el nivel de fibra de asbesto. La separación magnética de las brucitas molidas de Raymond produce un aumento de brillo de aproximadamente 2 unidades pero los rendimientos son muy pobres.

La separación magnética de la molienda de Carbolita 200kWh/tonelada de brucitas aumenta el brillo en hasta 3 unidades con diversos rendimientos

10 **Ejemplo comparativo - Investigación sobre métodos potenciales alternativos de beneficio de brucita para mejorar el brillo**

El material de brucita usado para esta investigación era de Dalian, China. Se muestran las propiedades del material molido rugoso tal como se recibió en la Tabla 14.

Tabla 14 – Propiedades de brucita molida áspera

Brillo de ISO		Área superficial (m ² /g)	CaO	MgO	Fe ₂ O ₃	AIRE	ppm Mn
Violeta	Amarillo						
93.3	1.5	5.3	0.74	63.18	0.14	5.89	168.3

15 Se recibió esta brucita china como bultos de roca aproximadamente del tamaño de ladrillos de casa estándar. Las rocas de brucita se trituraron usando una trituradora de mandíbulas Glen Creston Ltd 18-501 para producir virutas de brucita de aproximadamente 20 mm o más finas. Se molieron estas virutas a continuación en un molino de discos Christy Norris para producir un polvo grueso de un tamaño de aproximadamente 0.5 mm a 0.25 mm o inferior. Este polvo grueso se cribó para producir fracciones de <106 µm + 38 µm y <53 µm + 38 µm.

20 Se intentaron los siguientes métodos de beneficio alternativos, con el fin de mejorar el brillo: lavado, blanqueo reductivo y blanqueamiento oxidativo, en cada caso con selección o ajuste del tamaño de partícula como se describe a continuación.

Lavado

25 Se usó La brucita aplastada por la mandíbula de 20 mm y más fina para este conjunto de experimentos. Se remojaron las rocas de 20 mm durante 30 minutos en agua a 60°C. Luego se filtraron en un filtro de brucita usando papel de filtro NO para que los finos se separaran del material grueso. Se secó a continuación el material en un horno a 80°C, se molió y se midió el brillo del polvo. La Tabla 15 muestra los resultados del lavado.

Tabla 15 - Efecto del lavado en caliente de brucita gruesa

Muestra	Violeta ISO	Amarillo ISO
Como rec'd	92.2	2.2
Lavado en caliente de gruesas	92.8	2.0
Lavado en caliente de finas	91.5	2.5

ES 2 674 073 T3

Se puede ver que el lavado en caliente mejora ligeramente el brillo, pero esto también podría ser el efecto de extraer el material fino.

Blanqueamiento y procesamiento <106 µm + 38 µm

5 El efecto del blanqueamiento reductivo y oxidativo se llevó a cabo en la fracción <106 µm + 38 µm de brucita. Se evaluaron el ditionito de sodio (Hydros), el ácido formamidin sulfínico (FAS) y ozono.

Se añadieron las diversas cantidades de Hydros a la brucita a un pH de 7.5. Esto se dejó en remojo durante 30 minutos y luego se filtró la brucita. Véase la Tabla 16.

Se añadió FAS a la brucita a su pH natural pero a una temperatura elevada de 70°C. Esto se agitó durante 30 minutos. Véase la Tabla 17.

10 Se añadió ozono durante 120 minutos y luego se purgó con oxígeno durante 30 minutos. Véase la Tabla 18.

Todas las muestras después de su proceso de blanqueamiento respectivo se secaron a 80°C y se sometieron a brillo en polvo.

Tabla 16 – Efecto de Hydros en brucita de -106 + 38 µm

% en peso de dosificación de Hydros	Violeta ISO	Amarillo ISO
0	89.8	2.1
0.2	89.4	1.9
0.4	89.1	2.4
0.6	90.1	2.0
0.8	90.2	1.7
1.0	90.1	2.2

15 Se puede ver que Hydros hasta 1% en peso tiene muy poco efecto en la brucita de -106 + 38 µm. Hay hasta una ganancia de 0.4 unidades, pero esto puede deberse a un error experimental.

Tabla 17 - Efecto de FAS en brucita de -106 +38 µm

% en peso de dosificación de FAS	Violeta ISO	Amarillo ISO
0	90.8	1.8
0.02	90.3	2.1
0.04	90.4	2.0
0.06	89.4	2.6

% en peso de dosificación de FAS	Violeta ISO	Amarillo ISO
0.08	90.0	2.3
0.10	89.5	2.4

Se puede ver que FAS hasta 0.1% en peso tiene muy poco efecto sobre la brucita de -106 + 38 μm . No hay mejoría en el brillo del polvo.

Tabla 18 - Efecto de ozono en brucita de -106 +38 μm

Dosificación de ozono, minutos	Violeta ISO	Amarillo ISO
0	90.8	1.8
120	89.1	2.2

5

El ozono tiene un efecto perjudicial sobre la brucita de -106 μm + 38 μm . El brillo del polvo disminuye en 1.7 unidades.

Blanqueamiento y procesamiento <53 μm + 38 μm

Se investigó el blanqueamiento de Hydros en esta fracción de tamaño. Se agregó Hydros como se describió anteriormente. Los resultados se resumen en la Tabla 19.

10

Tabla 19 - Efecto de Hydros en brucita de -53 μm + 38 μm

% en peso de dosificación de Hydros	Violeta ISO	Amarillo ISO
0	91.1	2.0
0.2	91.0	2.0
0.4	90.5	2.2
0.6	91.0	1.8
0.8	90.9	1.9
1.0	91.1	1.7

Estos resultados muestran que no hay efecto sobre el color cuando se agrega hasta 1% en peso de Hydros a la brucita.

Molienda húmeda y blanqueamiento de Hydros y ozono

15 Se usó un molino de arena de laboratorio estándar para la trituración de la brucita. Se cargó el molino de arena con 3 kg de medios de molienda cerámicos, Carbolita 16-20. Se usaron 1224 g de brucita y 4322 g de agua del grifo

(equivalente al 22% en peso de pastas de sólidos). La carga se agitó hasta que se pusieron 50kWh/tonelada de energía en el sistema.

5 La brucita molida con arena se cribó a 53 µm para separar el medio de molienda y el mineral. Se filtró la pasta resultante de -53 µm en un filtro Buchner usando un papel de filtro Whatman grado 50. Cuando se filtró, se secó la torta del filtro en un horno de laboratorio a 80°C.

Se realizó blanqueamiento de Hydros y ozonización en el producto molido. Los resultados se muestran en la Tabla 20.

Tabla 20 - Efecto de Hydros y ozono en 50kWh/tonelada de brucita molida húmeda.

Dosificación de ozono, minutos	% en peso de dosificación de Hydros	Violeta ISO	Amarillo ISO
0	0	93.7	0.9
0	0.2	94.0	0.8
0	0.4	93.4	0.9
0	0.6	92.3	1.2
0	0.8	93.6	0.9
120	0	94.2	0.9

10 Hydros tiene muy poco efecto sobre la brucita. El ozono aumenta el brillo en 0.5 unidades, pero esto puede caer dentro del error experimental.

15 A partir de este ejemplo comparativo, concluimos que Hydros hasta 1% en peso no tiene ningún efecto para mejorar el brillo de brucita, que FAS no mejora el brillo de brucita, y que el ozono tiene poco efecto sobre el brillo de la brucita. Estos hallazgos son útiles para mostrar las dificultades para mejorar el brillo de la brucita y, por lo tanto, la importancia de los resultados obtenidos usando la presente invención.

Capacidad de aplicación industrial

20 Los métodos para preparar brucita molida, beneficiada de acuerdo con la presente invención proporcionan propiedades ópticas mejoradas que aumentan su idoneidad para el uso como relleno retardante de llama en aplicaciones poliméricas, tales como recubrimiento de cable retardante de llama. Además, se observa una marcada reducción en los niveles de asbesto u otras fibras minerales.

La presente invención se ha descrito ampliamente y sin limitación a realizaciones específicas. Las variaciones y modificaciones que serán fácilmente evidentes para aquellos expertos ordinarios en esta técnica están destinadas a incluirse dentro del alcance de esta solicitud.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para preparar brucita en partículas que comprende molienda y beneficio de brucita en partículas en la que la brucita en partículas beneficiada molida tiene un d_{90} menor o igual a $6.4 \mu\text{m}$ medido por dispersión de luz láser y en el que se mejora el brillo del hidróxido de magnesio en partículas, en el que el beneficio comprende dispersar la brucita en partículas molida a previamente molida en un medio de vehículo fluido para producir una dispersión; introducir la dispersión en un campo magnético de suficiente resistencia de campo para magnetizar los componentes férricos de la brucita en partículas; retirar la dispersión del campo magnético y colocar la dispersión lo suficientemente cerca de un material magnético o magnetizable que dichos componentes férricos de la dispersión se concentran en la proximidad del material magnético o magnetizable; y después de eso separar dichos componentes férricos concentrados del restante de la dispersión.
- 10 2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el beneficio de la brucita tiene lugar antes y/o durante y/o después de que se muele la brucita en partículas.
- 15 3. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la brucita que se va a moler tiene un tamaño superior de partículas que es más grueso que un tamaño superior deseado, y se muele en contacto con un medio acuoso en la presencia de al menos un medio de molienda en partículas bajo condiciones tales que la entrada de energía es superior a 20 kWh/tonelada , en el que la brucita en partículas que tiene un tamaño superior de partículas que es más grueso que el tamaño superior deseado está presente en un exceso de peso con respecto al agua del medio acuoso.
- 20 4. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la brucita en partículas molida tiene un d_{90} menor o igual a $2 \mu\text{m}$ según se midió por dispersión de luz láser y un d_{50} menor o igual a $0.5 \mu\text{m}$ según se midió por dispersión de luz láser.
- 25 5. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la brucita en partículas molida comprende menos de 0.1 fibras de asbestos u otras fibras minerales por ml de aire a un nivel de polvo total de 10 mg/m^3 .
- 30 6. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la brucita en partículas molida tiene un valor de absorción de humedad durante 7 días de menos del 15%, por ejemplo de menos del 6%.
- 35 7. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores que comprende además clasificar la brucita en partículas que incluye partículas de tamaño superior en un cierto intervalo de tamaño para retirar dichas partículas de tamaño superior en el dicho cierto intervalo de tamaño, donde el método comprende suspender el material en un medio acuoso para formar una suspensión en partículas de brucita, introducir una corriente de la dicha suspensión en partículas en un aparato de hidrociclón para crear un flujo de vórtice en el aparato, y retirar del aparato una primera corriente descargada que comprende partículas relativamente grandes y una segunda corriente descargada que comprende partículas relativamente pequeñas, es decir pequeñas en relación con las partículas de la primera corriente descargada y recuperar el hidróxido de magnesio en partículas clasificado libre de las dichas partículas de tamaño superior de la segunda corriente descargada.
8. Un método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que dicho cierto intervalo de tamaños es de 12 a $18 \mu\text{m}$ o de 15 a $18 \mu\text{m}$ según se midió por dispersión de luz láser.
9. Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, cuando se realiza en la ausencia de un agente dispersante.
- 40 10. Un método para proporcionar un material de relleno en partículas para usar en una composición polimérica que comprende combinar dicha brucita proporcionada a partir de un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores con uno o más de otros materiales inorgánicos en partículas.
11. Un método de acuerdo con la reivindicación anterior, en el que se proporciona el relleno para uso en la forma de un polvo sustancialmente seco.
- 45 12. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10 u 11, en el que uno o más de otros materiales en partículas tienen propiedades retardantes de llama y están presentes con la brucita en partículas en una cantidad retardante de llama.
13. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, que comprende formar la composición polimérica en un artículo, en el que se selecciona el artículo de una superficie de trabajo, por ejemplo, una superficie

de encimeras de trabajo en mostradores, o una funda, recubrimiento o carcasa para un producto eléctrico, por ejemplo, un componente de funda de un cable eléctrico.

- 5 14. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, en el que la composición polimérica se forma mezclando los componentes de la composición, donde el componente polimérico está presente para la mezcla como líquido o sólido en partículas, y opcionalmente uno o más precursores de la composición polimérica.