



PI05130484
PI05130484

REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA E COMÉRCIO EXTERIOR
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº PI 0513048-4

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: PI 0513048-4

(22) Data do Depósito: 28/06/2005

(43) Data da Publicação do Pedido: 16/02/2006

(51) Classificação Internacional: C09C 1/42; D21H 19/40

(30) Prioridade Unionista: 07/07/2004 US 885,947

(54) Título: MÉTODO PARA O PROCESSAMENTO DE CAULIM

(73) Titular: ENGELHARD CORPORATION. Endereço: 101 Wood Avenue, Iselin, New Jersey 08830, Estados Unidos da América (US).

(72) Inventor: SHARAD MATHUR; KENNETH W. FOLMAR; DAVID KIRK THOMPSON; BARRY L. DANIELS

Prazo de Validade: 10 (dez) anos contados a partir de 20/10/2015, observadas as condições legais.

Expedida em: 20 de Outubro de 2015.

Assinado digitalmente por:

Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes



MÉTODO PARA O PROCESSAMENTO DE CAULIM

Campo da Invenção

Refere-se a presente invenção de uma maneira geral à produção de duas classes diferentes de pigmentos de caulim a partir do mesmo caulim bruto em um esquema de processo simplificado. Com particularidade, a presente invenção refere-se à produção de duas classes diferentes de pigmentos de caulim que são separados um do outro somente depois de ser realizado processamento substancial.

Antecedentes da Invenção

O caulim é um fino, usualmente argila branca, que é formado pelo descoramento de minerais aluminosos (tais como feldspato) e consiste principalmente de caulinita. A caulinita é comumente representada por uma ou mais das fórmulas químicas $\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$; $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; e/ou $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$. O caulim é um dos muitos minerais industriais minerados atualmente. Reservas são encontradas na Geórgia (USA), Egito, Brasil, Reino Unido, Queensland (Austrália), Coréia, China e Ucrânia.

Exposto em termos gerais, o caulim provenientes de muitos países diferentes, e mesmo de diferentes depósitos dentro do mesmo país, diferem em muitos aspectos devido a variações em um número de propriedades da caulinita. Exemplos dessas propriedades incluem grau de cristalinidade, aspereza, brilho, níveis de outros compostos tais como titânia e óxido de ferro,

dimensão de partícula, forma de partícula, dimensão e/ou distribuição de forma. Variações nas propriedades conduzem a diferenças no desempenho dos produtos de caulim resultantes. Por exemplo, a cristalinidade afeta o brilho resultante, brancura, opacidade, lustro, e viscosidade dos produtos resultantes. Observa-se que a opacidade e brilho são parâmetros de desempenho de aplicação, enquanto os outros parâmetros listados são parâmetros de atributo de pigmentos. A dimensão, forma e distribuição de partículas afetam a lisura, propriedades ópticas, e propriedades de escoamento dos produtos resultantes. A lisura e as propriedades ópticas são parâmetros de desempenho de aplicação, enquanto que as propriedades de escoamento são parâmetros de atributos de pigmentos.

A maior demanda para os produtos baseados em caulim vem da indústria de papel que os utiliza para revestir e preencher papéis e papelões. Entretanto, os produtos baseados em caulim incluem tintas, composições agrícolas, produtos de fibra de vidro, composições de polímero e borracha, aplicações em cerâmica, suportes de catalisadores, produtos farmacêuticos, cosméticos, componentes elétricos, adesivos, auxiliares de filtração, e muitos mais. Determinadas classes de caulim que têm propriedades distintas são idealmente adequadas para aplicações selecionadas. Conseqüentemente, para se elevar ao máximo a qualidade de uma classe de caulim resultante, o bruto de caulim é submetido a processa-

mento que proporciona uma classe de caulim especificamente desejada. Além disso, um bruto de caulim especificamente identificado é freqüentemente selecionado quando é preparada uma determinada classe de caulim desejada, novamente para elevar ao máximo a qualidade dessa classe de caulim.

Sumário da Invenção

Em seguida apresenta-se um sumário simplificado da invenção a fim de proporcionar uma compreensão básica de alguns aspectos da invenção. Este sumário não constitui uma visão geral extensa da invenção. Também não se pretende identificar elementos chave ou de maior importância da invenção nem delinear o escopo da invenção. Em vez disso, o único propósito deste sumário é apresentar alguns conceitos da invenção em uma forma simplificada como um preâmbulo para a descrição mais detalhada que será apresentada doravante.

A presente invenção proporciona processos simplificados para produzir duas classes diferentes de caulim a partir de um único bruto de caulim. Consequentemente, a presente invenção elimina o requisito de se utilizarem processos independentes para se prepararem classes separadas de pigmentos de caulim. A presente invenção também diminui o requisito de se utilizarem diferentes brutos de partida com diferentes características nos processos independentes para produzir classes de pigmentos de caulim separadas.

Um aspecto da invenção refere-se a métodos

de processamento de caulim que envolvem desareiar o bruto de caulim que contém uma quantidade principal de caulim cinza, submeter o bruto de caulim desareiado a uma flutuação, ozonizar o caulim, centrifugar o caulim
5 para proporcionar uma corrente de brutos, e uma corrente de finos, refinar a corrente de brutos em um pigmento de caulim produzido grosso, e refinar a corrente de finos em um pigmento de caulim brilhante fino. Um outro aspecto da invenção relaciona-se com sistemas e métodos para o processamento automatizado de caulim, com
10 realimentação de tempo real opcional.

Para a obtenção dos objetivos precedentes e outros relacionados, a invenção compreende os aspectos doravante plenamente descritos e salientados nas
15 reivindicações. A descrição exposta em seguida e os desenhos anexos expõem determinados aspectos ilustrativos e implementações da invenção. Entretanto, estes são indicativos de somente umas poucas das várias maneiras em que os princípios da invenção podem ser em-
20 pregados. Outros objetivos, vantagens e aspectos novos da invenção tornar-se-ão evidentes a partir da descrição detalhada seguinte da invenção quando considerada em conjunto com os desenhos.

Sumário Breve dos Desenhos

25 A Figura 1 representa um fluxograma de um aspecto de um sistema e método de processamento de caulim de acordo com a presente invenção.

A Figura 2 representa um fluxograma de um

outro aspecto de um sistema e método de processamento de caulim de acordo com a presente invenção.

A Figura 3 representa um diagrama esquemático de um outro aspecto de um sistema para o processamento automatizado de caulim de acordo com a presente invenção.

Descrição Detalhada da Invenção

Os métodos da presente invenção possibilitam a produção de duas classes de caulim diferentes a partir de um único bruto de caulim. As duas classes de caulim diferentes incluem pigmento de caulim produzido grosso e pigmento de caulim de lustração fino. Os pigmentos de caulim produzido grosso são caracterizados por baixa área de superfície, pelo menos 80%, em peso, das partículas têm uma dimensão de cerca de 2 micrômetros ou menos, e estreita distribuição de dimensão de partícula. Os pigmentos de caulim de lustração finos são caracterizados por alto brilho, excelente viscosidade de alto cisalhamento, pelo menos 80%, em peso, das partículas têm uma dimensão de cerca de 1 micrômetro ou menos, e pelo menos 95%, em peso, das partículas têm uma dimensão de cerca de 2 micrômetros ou menos.

Os métodos da presente invenção envolvem submeter um bruto de caulim a uma ação de desareamento, flutuação, ozonização, e então centrifugação de alta velocidade de uma maneira sucessiva para proporcionar duas correntes de caulim distintas. Depois de centrifugação de alta velocidade, poderá ser realizada uma

ação de centrifugação de baixa velocidade. A ação de centrifugação de baixa velocidade opcional separada pode ser realizada antes da flutuação que substitui a ação de centrifugação de baixa velocidade depois da centrifugação de alta velocidade. As duas correntes distintas de caulim são processadas independentemente para produzir pigmento de caulim produzido grosso e pigmento de caulim de lustração fino. Os meios sucessivos de desareamento, flutuação, ozonização, e centrifugação são realizados na ordem listada, muito embora opcionalmente outras ações possam ser realizadas antes, durante e/ou depois das quatro ações sucessivas.

O bruto de caulim que pode ser submetido aos métodos da presente invenção contém uma quantidade principal de caulim cinza ou duro, uma quantidade menor do caulim branco, e pequenas quantidades de partículas que não são caulim. As partículas que não são caulim incluem titânia, quartzo, vários minerais ferruginosos, mica, e argilas não-cauliníticas, tais como bentonita e atapulgita. As quantidades principais incluem pelo menos 50%, em peso, as quantidades menores incluem menos de 50%, em peso, e as pequenas quantidades incluem menos de 10%, em peso. De acordo com uma outra concretização, o bruto de caulim contém pelo menos cerca de 60%, em peso, de caulim cinza ou duro e menos do que cerca de 40%, em peso, de caulim branco fino. Ainda de acordo com uma outra concretização, o bruto de caulim contém pelo menos cerca de 70%, em peso, de caulim cin-

za ou duro e menos do que cerca de 30%, em peso, de caulim branco fino.

O bruto de caulim contém partículas em que pelo menos cerca de 70%, em peso, têm uma dimensão de partícula de cerca de 2 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 30%, em peso, têm uma dimensão de partícula de cerca de 0,3 micrômetro ou menos, um teor de titânia entre cerca de 1% até cerca de 3%, em peso, e uma área de superfície de pelo menos cerca de 18 m²/g. Em
10 uma outra concretização, o bruto de caulim contém partículas em que pelo menos cerca de 80%, em peso, têm uma dimensão de partícula de cerca de 2 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 35%, em peso, têm uma dimensão de partícula de cerca de 0,3 micrômetro ou menos,
15 um teor de titânia entre cerca de 1,5% até cerca de 2,5%, em peso, e uma área de superfície de pelo menos cerca de 20 m²/g.

Antes do processamento do bruto de caulim, uma pasta fluida pode ser formada pela combinação do
20 bruto de caulim com água, e opcionalmente um agente de dispersão. Uma vantagem para a presente invenção é a de que um dispersante pode não ser necessário antes que correntes separadas de classes de caulim distintas sejam separadas. Desta maneira, de acordo com uma con-
25 cretização, não é empregado um dispersante até que correntes separadas de classes de caulim distintas sejam separadas.

O dispersante pode ser um dispersante or-

gânico ou dispersante inorgânico. O dispersante inorgânico tipicamente inclui sais de fosfato. Exemplos de sais de fosfato incluem polisfosfatos e pirofosfatos inorgânicos (os quais são efetivamente um tipo de polifosfato), tais como hexametafosfato de sódio (SHMP), tripolifosfato de sódio (STPP) e pirofosfato de tetrasódio (TSPP).

Os dispersantes orgânicos tipicamente incluem dispersantes baseados em amônia, dispersantes de sulfonato, dispersantes de ácido carboxílico, e dispersantes poliméricos, tais como dispersantes de poliacrilato, bem como outros dispersantes orgânicos que são convencionalmente empregados no processamento de pigmentos de caulim.

O bruto de caulim é primeiro submetido a desareiação. O bruto de caulim apresenta-se como um minério que contém areia grossa; areia grossa composta de partículas relativamente grandes. A areia grossa é indesejável e, desta forma, é removida. O caulim bruto desareiado resultante é composto amplamente de partículas de caulim que usualmente têm uma largura maior do que dimensões variáveis desde lamas (mais finas do que 0,3 micrômetro) até cerca de 15 micrômetros.

A desareiação é realizada de qualquer maneira convencional utilizando-se uma ou mais peneiras, caixas de areia, decantação por gravidade, ou hidrociclones. Poderá ser empregada desareiação tanto úmida quanto seca. Por exemplo, a desareiação pode ser rea-

lizada pela combinação do caulim bruto com água e passagem da mistura na forma de pasta fluida através de uma peneira, tal como uma peneira de 325 malhas, ou uma peneira de 200 malhas. Opcionalmente, um dispersante
5 de argila também é adicionado à pasta fluida para proporcionar fluidez adicional a fim de facilitar o processo de desareiação. Exemplos de dispersantes de argila incluem dispersantes à base de amônia, dispersantes à base de fosfato, dispersantes de sulfonato, dispersantes de ácido carboxílico, e dispersantes poliméricos, tais como dispersantes de poliacrilato, bem como outros dispersantes empregados no processamento de pigmentos de caulim. A quantidade de dispersante usado na pasta fluida é tipicamente de cerca de 0,01% até cerca
10 de 1%, com base no peso de caulim bruto.
15

Depois da desareiação do caulim bruto, o caulim bruto desareiado resultante é submetido a flutuação. A flutuação serve para reduzir o teor de titânia para menos do que cerca de 1%, em peso e/ou reduzir o
20 teor de óxido de ferro para menos do que cerca de 1,5%, em peso. Em uma outra concretização, a flutuação reduz o teor de titânia para menos do que cerca de 0,7%, em peso, e/ou reduzir o teor de óxido de ferro para menos do que cerca de 1,25%, em peso. Ainda em uma outra
25 concretização, a flutuação reduz o teor de titânia para menos do que cerca de 0,5%, em peso, e/ou reduz o teor de óxido de ferro para menos do que cerca de 1%, em peso. Ainda em mais uma outra concretização, a flutuação

reduz o teor de titânia para menos do que cerca de 0,4%, em peso, e/ou reduz o teor de óxido de ferro para menos do que cerca de 0,75%, em peso. O bruto desareiado pode ser centrifugado antes da flutuação para controlar a distribuição de dimensão de partícula de forma tal que a operação centrífuga de alta velocidade subsequente resulta na distribuição de dimensão de partícula bruta desejada que não requer uma ação centrífuga adicional.

10 A flutuação é realizada de qualquer maneira convencional, incluindo flutuação a úmido, ultraflutuação, flutuação em espuma, flutuação TREP (processo de remoção e extração de titânia), e assemelhados. Métodos gerais de flutuação encontram-se descritos em Ma-
15 thur, S., "Kaolin Flotation", Journal of Colloid and Interface Science, 256, parte de piloto. 153-158, 2002, que fica incorporado neste contexto por referência sob este aspecto. A ultraflutuação envolve a utilização de um reagente particulado com um ácido graxo e óleos de
20 flutuação selecionados para remover titânia de uma pasta fluida de argila impura. Uma característica de ultraflutuação é a de que o caulim purificado é recuperado como uma pasta fluida diluída que é subsequente desaguada. A flutuação por espuma funciona pela sepa-
25 ração de determinadas partículas minerais em relação às outras partículas em uma pasta fluida baseada nas diferenças nas espécies minerais. O processamento de uma maneira geral depende da adição de reagentes que se

vinculam seletivamente às partículas minerais a serem flutuadas, pelo que as partículas com reagente(s) vinculado(s) têm uma maior afinidade com as borbulhas de ar do que as outras partículas e podem ser removidas como uma espuma. A flutuação TREP envolve o condicionamento de caulim em um moinho de alta intensidade utilizando um coletor, tal como um coletor de ácido graxo, coletor de óleo de sebo, ou um coletor de hidroxamato, e um sal de metal. Isto é seguido pela adição de um dispersante, tal como um dispersante de sal de acrilato. Opcionalmente, separação magnética ou floculação seletiva também podem ser usadas para aperfeiçoar o assentamento de brilho independentemente ou em conjunto com flutuação.

A flutuação pode ser realizada sob qualquer teor de sólidos, pH e temperatura adequados, utilizando-se uma pasta fluida do bruto de caulim desareado e água. De acordo com uma concretização, durante a flutuação pelo menos um dos seguintes parâmetros é atendido: o teor de sólidos varia entre cerca de 10% até cerca de 50%, o pH varia de cerca de 5 até cerca de 11, e a temperatura varia entre cerca de 10°C até cerca de 90°C. De acordo com uma outra concretização, durante a flutuação pelo menos um dos seguintes parâmetros é atendido: o teor de sólidos varia entre cerca de 20% até cerca de 40%, o pH varia de cerca de 6 até cerca de 10, e a temperatura varia entre cerca de 20°C até cerca de 60°C.

Depois da flutuação, o caulim submetido ao processamento é submetido a ozonização. A ozonização envolve lixiviação oxidante, utilizando-se ozônio, a fim de lixiviar componentes, tais como descorantes orgânicos, que possam estar presentes. O ozônio funciona não apenas no sentido de destruir partes substanciais dos agentes orgânicos de descoloração, mas também destrói por oxidação o dispersante orgânico, se esse composto estiver presente. Entretanto, o ozônio não destrói dispersantes inorgânicos.

A ozonização é realizada de qualquer maneira adequada. Por exemplo, a ozonização pode ser realizada sob um nível de dosagem entre cerca de 0,045 até cerca de 9,072 kg (0,1 até cerca de 20 libras) de ozônio por tonelada de caulim. De acordo com uma outra concretização, a ozonização é realizada sob um nível de dosagem de cerca de 0,227 até cerca de 4,535 kg (0,5 até cerca de 10 libras) de ozônio por tonelada de caulim. O ozônio pode ser aplicado como uma corrente de borbulhas que podem passar ascendentemente através da pasta fluida. Este pode ser um processo por batelada ou um processo contínuo, em que as borbulhas de ozônio passam em contra-corrente até um fluxo da pasta fluida em um tubo ou outro condutor, tal como uma coluna misturada e acondicionada.

Depois da ozonização, o caulim ozonado é submetido a deslaminação opcional. A deslaminação pode envolver moagem por via úmida, moagem de pasta fluida,

trituração por via úmida e assemelhados. Esses processos de deslaminação envolvem o uso de um meio de trituração e água. O caulim é combinado com o meio de trituração e água para formar uma pasta fluida e transportado, tal como por meio de bombeamento, através do equipamento de deslaminação. Tipicamente, os sólidos de caulim na pasta fluida durante a deslaminação variam de cerca de 5% até cerca de 50%, em peso.

Depois da ozonização, emprega-se centrifugação de alta velocidade para separar o caulim ozonizado em duas correntes. Observa-se que a centrifugação de alta velocidade é realizada depois da desareiação, flutuação e ozonização. A centrifugação separa o caulim ozonizado em uma corrente de grossos (pelo menos cerca de 70%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 2 micrômetros ou menos) e uma corrente de finos (pelo menos cerca de 80%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 1 micrômetro ou menos). Em uma outra concretização, a corrente de grossos tem pelo menos cerca de 80%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 2 micrômetros ou menos e a corrente de finos tem pelo menos cerca de 85%, em peso, das partículas com uma dimensão de 1 micrômetro ou menos. Ainda em uma outra concretização, a corrente de grossos tem pelo menos cerca de 90%, em peso, das partículas com uma dimensão de 2 micrômetros ou menos, e a corrente de finos tem pelo menos cerca de 90%, em peso, das partículas com uma dimensão de 1 micrômetro ou menos.

Todas as dimensões de partícula referidas neste contexto são determinadas por uma técnica de sedimentação convencional utilizando-se uma análise de analisador Micromeretics, Inc.'s SEDIGRAPH® 5100. As dimensões, em micrômetros, são reportadas como "e.s.d." (diâmetro esférico equivalente). As partículas são levadas à forma de pasta fluida em água com um dispersante e bombeadas através do detector com agitação para dispersar os aglomerados soltos.

10 A centrifugação pode ser realizada duas vezes, mas um tratamento de uma centrifugação é um tratamento de centrifugação de alta velocidade imediatamente em seguida à ozonização. O segundo tratamento de centrifugação pode ser realizado pela sujeição da corrente de grossos a um segundo tratamento de centrifugação depois do tratamento de centrifugação de alta velocidade ou pela realização de um outro tratamento de centrifugação antes da flutuação. A centrifugação pode ser realizada três vezes pela sujeição da corrente de grossos proveniente do segundo tratamento de centrifugação a um terceiro tratamento de centrifugação, então combinando-se a terceira corrente de finos com pelo menos uma da primeira e segunda correntes de finos.

25 Em um tratamento de centrifugação de alta velocidade a centrífuga pode operar a "g" forças desde mais de cerca de 2.000 até cerca de 10.000, enquanto em um tratamento de centrifugação de baixa velocidade a centrífuga pode operar sob "g" forças entre cerca de

200 até cerca de 2.000. Em uma outra concretização, o tratamento de centrifugação de alta velocidade a centrífuga pode operar a "g" forças desde cerca de 2.500 até cerca de 7.500, enquanto em um tratamento de centrifugação de baixa velocidade a centrífuga pode operar sob "g" forças entre cerca de 500 até cerca de 1.750. Ainda em uma outra concretização, o tratamento de centrifugação de alta velocidade a centrífuga pode operar a "g" forças desde mais de cerca de 3.000 até cerca de 5.000, enquanto em um tratamento de centrifugação de baixa velocidade a centrífuga pode operar sob "g" forças entre cerca de 800 até cerca de 1.500. Exemplos de centrífugas incluem máquinas de cuba sólida Bird, centrífugas de alta velocidade de cuba de bocal Alfa Laval, centrífugas trifásicas horizontais, e outras assemelhadas.

A corrente de grossos é então submetida a refinação, a qual pode envolver pelo menos um de descoramento, filtração, intumescimento, secagem por spray, e mistura. De uma maneira geral, o descoramento envolve aumentar o brilho do caulim. O descoramento envolve contactar a corrente de caulim grosso com uma quantidade adequada de um ou mais de sais de hidrossulfito (ditionita), permanganato de potássio, gás de oxigênio, bicromatos alcalinos, cloratos alcalinos, cloretos alcalinos, persulfato de amônio e peróxidos solúveis, tais como peróxido de sódio e hidrogênio, hipoclorito de sódio, e assemelhados.

Filtragem poderá ser empregada para aumentar o teor de sólidos (por exemplo, aumentar o teor de sólidos em cerca de 55% ou mais). O aumento do teor de sólidos em alguns casos aperfeiçoa a eficiência de uma
5 operação de secagem por pulverização subsequente. A filtragem pode ser realizada de qualquer maneira adequada e é realizada tipicamente utilizando-se filtros a vácuo rotativos.

A secagem por pulverização do caulim grosso
10 so é realizada para reduzir o nível de umidade do caulim grosso. A secagem do caulim grosso pode facilitar tratamentos térmicos subsequentes opcionais. De acordo com uma concretização, depois da secagem o caulim grosso tem um nível de umidade menor do que cerca de 1,5%,
15 em peso. De acordo com uma outra concretização, depois da secagem o caulim grosso tem um nível de umidade menor do que cerca de 1%, em peso. Ainda de acordo com uma outra concretização, depois da secagem o caulim grosso tem um nível de umidade menor do que cerca de
20 0,5%, em peso.

A mistura envolve a combinação do caulim grosso com um outro material particulado, tal como uma batelada de caulim diferente, de titânia, de outras argilas, carbonato de cálcio, caulim calcinado, e assemel-
25 lhados, para se alcançar uma mistura que é dotada de propriedades desejadas pelo usuário final ou por um usuário subsequente.

O produto de pigmento de caulim grosso tem

numerosas propriedades desejáveis. Por exemplo, o produto de pigmento de caulim grosso tem um ou mais de pelo menos cerca de 95%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 5 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 80%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 2 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 20%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 0,3 micrômetro ou menos; uma área de superfície entre cerca de 14 até cerca de 20 m²/g, cerca de 1% em peso, ou menos de titânia, cerca de 1,5%, em peso, ou menos de óxido de ferro, e um brilho de cerca de 85 ou mais. Em uma outra concretização, o produto de pigmento de caulim grosso tem um ou mais de pelo menos cerca de 96%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 5 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 90%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 2 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 25%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 0,3 micrômetro ou menos; uma área de superfície entre cerca de 15 até cerca de 19 m²/g, cerca de 0,75% em peso, ou menos de titânia, cerca de 1,25%, em peso, ou menos de óxido de ferro, e um brilho de cerca de 87,5 ou mais. Ainda de acordo com uma outra concretização, o produto de pigmento de caulim grosso tem um ou mais de pelo menos cerca de 97%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 5 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 95%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 2 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 27% até cerca de 33%, em peso, das partículas, têm uma

dimensão de 0,3 micrômetro ou menos; uma área de superfície entre cerca de 16 até cerca de 19 m²/g, cerca de 0,5% em peso, ou menos de titânia, cerca de 1%, em peso, ou menos de óxido de ferro, e um brilho de cerca de 5 89 ou mais.

A corrente de finos é então submetida a refinação, que pode envolver pelo menos uma de descaramento, filtragem, secagem e mistura. A filtragem pode ser empregada para aumentar o teor de sólidos para cerca de 55% ou mais, para aperfeiçoar a eficácia da operação de secagem por pulverização subsequente. A filtragem pode ser realizada de qualquer maneira adequada. O descaramento é realizado em conexão com a corrente de grossos e não é repetida neste caso por brevidade.

15 A secagem do caulim de corrente de finos é realizada para reduzir o nível de umidade do caulim, em parte, para facilitar procedimentos /tratamentos subsequentes. De acordo com uma concretização, depois da secagem, o caulim de corrente de finos tem um nível de 20 umidade de menos que cerca de 1,5%, em peso. Em uma outra concretização, o caulim de corrente de finos tem um nível de umidade de menos que cerca de 1%, em peso. Ainda em uma outra concretização, o caulim de corrente de finos tem um nível de umidade de menos que cerca de 25 0,5%, em peso.

A mistura envolve a combinação do caulim fino com outro material particulado, tal como uma batelada de caulim diferente, de titânia, de outras argi-

las, carbonato de cálcio, caulim calcinado, e assemelhados, para se alcançar uma mistura que é dotada de propriedades desejadas pelo usuário final ou por um usuário subsequente.

5 O produto de pigmento de caulim de lustração fino tem numerosas propriedades desejáveis. Por exemplo, o produto de pigmento de caulim de lustração fino tem um ou mais de pelo menos cerca de 80%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 1 micrômetro ou
10 menos, pelo menos cerca de 95%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 2 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 97%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 5 micrômetros ou menos, entre cerca de 60% até cerca de 85% das partículas têm uma dimensão de 0,3 micrôme-
15 tro ou menos; uma área de superfície entre cerca de 21 até cerca de 30 m²/g, cerca de 0,75% em peso, ou menos de titânia, cerca de 1,5%, em peso, ou menos de óxido de ferro, um brilho de cerca de 87,5 ou mais; e alta viscosidade de cisalhamento de cerca de 20 dinas/4400
20 rpm ou menos. Em uma outra concretização, o produto de pigmento de caulim de lustração fino tem um ou mais de pelo menos cerca de 90%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 1 micrômetro ou menos, pelo menos cerca de 97%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 2
25 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 98%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 5 micrômetros ou menos, entre cerca de 65% até cerca de 80% das partículas têm uma dimensão de 0,3 micrômetro ou menos; uma área

de superfície entre cerca de 22 até cerca de 29 m²/g, cerca de 0,5% em peso, ou menos de titânia, cerca de 1,25%, em peso, ou menos de óxido de ferro, um brilho de cerca de 90 ou mais; e alta viscosidade de cisalhamento de cerca de 15 dinas/4400 rpm ou menos. Ainda em uma outra concretização, o produto de pigmento de caulim de lustração fino tem um ou mais de pelo menos cerca de 95%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 1 micrômetro ou menos, pelo menos cerca de 99%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 2 micrômetros ou menos, pelo menos cerca de 99,9%, em peso, das partículas têm uma dimensão de 5 micrômetros ou menos, entre cerca de 70% até cerca de 75% das partículas têm uma dimensão de 0,3 micrômetro ou menos; uma área de superfície entre cerca de 23 até cerca de 28 m²/g, cerca de 0,4% em peso, ou menos de titânia, cerca de 1%, em peso, ou menos de óxido de ferro, um brilho de cerca de 91 ou mais; e alta viscosidade de cisalhamento de cerca de 10 dinas/4400 rpm ou menos.

A área de superfície é determinada pelo método BET reconhecido na técnica utilizando-se N₂ como o adsorvente. Alternativamente, a área de superfície é determinada utilizando-se o Gardner Coleman Oil Absorption Test baseado em ASTM D-1483-84 que mede gramas de óleo absorvido por 100 gramas de caulim. As medições de lustração são realizadas utilizando-se o método padrão TAPPI, T524, e são reportadas como "lustração GE" ou "valores GEB".

Exposto em termos gerais, uma ou mais etapas de processamento de argila convencional tais como esmagamento, trituração, floculação seletiva, deslaminção, separação magnética, floc/filtragem, tratamento
5 térmico, e assemelhados, podem ser empregados antes ou depois dos métodos da presente invenção.

O esmagamento reduz a rocha de caulim a cascalho; isto é, rocha de caulim que tem diâmetros de menos que cerca de 10 cm de diâmetro. A trituração en-
10 volve processamento de caulim bruto para se conseguir uma distribuição de dimensão de partícula desejada. A trituração pode ser realizada por moagem a seco, moagem por bolas a seco, trituração a seco, e assemelhados.

O caulim contém partículas de caulim escamas separadas naturalmente, bem como "folhetos" que
15 compreendem pilhas de plaquetas de caulim. Estas pilhas são concentradas em partículas que têm uma dimensão de cerca de 2 ou mais micrômetros. A deslaminção destes folhetos envolve proporcionar energia de impacto
20 que é exatamente suficiente para separar as plaquetas de caulim que constituem os folhetos sem maior fratura das plaquetas de caulim. A deslaminção pode envolver moagem por via úmida, moagem em pasta fluida, trituração por via úmida, e outras assemelhadas. Esses pro-
25 cessos de deslaminção opcional envolvem o uso de um meio de trituração e água. O caulim é combinado com o meio de trituração e água para formar uma pasta fluida e transportado, tal como por bombeamento, através do

equipamento de deslaminção. Tipicamente, os sólidos de caulim na pasta fluida durante a deslaminção formam entre cerca de 5% até cerca de 50%, em peso.

O caulim pode ser opcionalmente submetido a um ou mais tratamentos térmicos. Quando o caulim é aquecido, ele sofre uma série de mudanças características, detectáveis por meio de vários métodos incluindo análises térmicas diferenciais (DTA). O tratamento térmico pode ser empregado para formar um ou mais de metacaulim, caulim parcialmente calcinado, e caulim calcinado, na dependência da temperatura /duração do tratamento térmico. O tratamento térmico é realizado sob uma de atmosfera inerte, uma atmosfera de oxidação, e uma atmosfera redutora.

Por exemplo, depois de aquecimento de cerca de 450 até cerca de 650°C durante um período de tempo suficiente, o caulim é submetido a uma reação de desidratação fortemente endotérmica resultando na conversão em material conhecido como metacaulim. O estado de metacaulim é convenientemente apurado por meio de teste de solubilidade porque a alumina na argila é virtualmente solúvel completamente em ácido mineral forte.

A calcinação destrói a cristalinidade do caulim aquoso e torna o caulim substancialmente amorfo. A calcinação ocorre depois de aquecimento a temperaturas na faixa de cerca de 700 até cerca de 1200°C durante um período de tempo suficiente. Calcinaidores rotativos verticais e horizontais comerciais podem ser usa-

dos para produzir metacaulim, caulim parcialmente calcinado, e/ou caulim calcinado. A operação é controlada para evitar calcinação sob temperaturas suficientemente altas para formarem mulita indesejável ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$).

5 Com referência à Figura 1, ilustra-se na mesma um diagrama de alto nível de vários aspectos de uma metodologia de processamento de caulim 10. Na ação 12, bruto de caulim é desareiado, removendo-se partículas relativamente grandes do bruto de caulim. Depois
10 que as partículas relativamente grandes são removidas do bruto de caulim, a ação 14 envolve flutuação para reduzir a quantidade de pelo menos um de titânia e/ou óxido de ferro no caulim desareiado. Opcionalmente, a ação 13 envolve uma centrifugação de baixa velocidade
15 separando-se assim o caulim em duas classes/ correntes diferentes, onde a corrente de finos é então enviada para a flutuação 14 e a corrente de grossos enviada para mistura 26. A ação 16 envolve ozonização do caulim. Depois da ozonização, a ação 18 envolve a centrifugação
20 a altas velocidades do caulim e desse modo a separação do caulim em duas classes/ correntes diferentes. A corrente de brutos produzida pela ação 18 é opcionalmente submetida a uma outra centrifugação sob baixa velocidade na ação 22, produzindo ainda duas classes/
25 correntes diferentes. Na ação 20, a corrente de finos proveniente das ações 18 é submetida a refinamento para produzir pigmentos de caulim de lustração finos. A corrente de grossos proveniente da ação 18 e a corrente

de finos proveniente da ação 22 são submetidas a refinamento para produzirem pigmentos de caulim produzidos grossos. A corrente de grossos proveniente da ação 22 é submetida a mistura 26 com outros materiais.

5 Com referência à Figura 2, ilustra-se na mesma um diagrama mais detalhado de vários aspectos de uma metodologia de processamento de caulim 30. Na ação 32, caulim bruto é desareiado, seguido pela ação 34 que envolve flutuação para reduzir a quantidade de pelo me-
10 nos um de titânia e/ou óxido de ferro no caulim desareiado. A ação 36 envolve ozonização do caulim, então a ação 38 envolve centrifugar o caulim a altas velocidades e desse modo separar o caulim em duas classes/correntes diferentes; a saber, uma corrente de grossos
15 e corrente de finos. A corrente de grossos produzidos pela ação 38 é opcionalmente submetida a uma outra centrifugação a baixas velocidades na ação 40, produzindo ainda uma outra corrente de grossos e uma outra corrente de finos.

20 Na ação 42, a corrente de finos proveniente da ação 35 é submetida a descoramento, filtragem, secagem, e/ou mistura na ação 42 para produzir pigmentos de caulim finos na ação 44. A corrente de grossos provenientes da ação 38 e a corrente de finos provenientes da ação 40 são submetidas a descoramento e fil-
25 tragem na ação 46. O caulim descorado e filtrado é então secado na ação 48 para produzir pigmentos de caulim produzidos grossos na ação 50.

Com referência à Figura 3, descreve-se em seguida um sistema 60 para processar bruto de caulim em duas frações. O sistema inclui um ou mais de um 62, um sistema de flutuação 64, sistema de ozonização 66, e
5 sistema de centrifugação 68 (centrífugas de alta velocidade e/ou baixa velocidade) acoplado a um aparelho de teste 70 e um controlador 72. O sistema de desareamento 62 processa caulim pela remoção de areia grossa a partir do bruto de caulim, o sistema de flutuação reduz
10 o teor de titânia e/ou de óxido de ferro do caulim desareado, o sistema de ozonização 66 oxida espécies dentro da corrente de processo de caulim, e o sistema de centrifugação 68 separa duas correntes de caulim distintas uma da outra. O aparelho de teste 70 pode
15 ser qualquer dispositivo que efetue a medição de pelo menos um parâmetro associado com o caulim (tal como distribuição de dimensão de partícula, lustração, bran- cura, aspereza, % teor de umidade, % teor de produtos queimemos particulares tais como titânia, e assemelha-
20 dos) ou qualquer parâmetro associado com qualquer um do sistema de desareamento 62, sistema de flutuação 64, sistema de ozonização 66, e sistema de centrifugação 68 (tal como a dimensão de partícula e/ou força "g" com o sistema de centrifugação 68).

25 Enquanto qualquer um do sistema de desareamento 62, sistema de flutuação 64, sistema de ozonização 66 e sistema de centrifugação 68 está operando, o aparelho de teste 70 testa o caulim que está sendo

processado. Por exemplo, enquanto o sistema de desareamento 62, sistema de flutuação 64 ou sistema de ozonização 66 está operando, uma amostra de caulim pode ser retirada e testada para se determinar um parâmetro, tal como distribuição de dimensão de partículas. O aparelho de teste 70 envia os dados gerados pelo teste para o controlador 72, que é adaptado para receber esses dados de parâmetros de caulim provenientes do aparelho de teste 70. Alternativamente, o aparelho de teste 70 pode medir um parâmetro do sistema de desareamento 62, sistema de flutuação 64, sistema de ozonização 66, e sistema de centrifugação 68, e enviar dados associados com o parâmetro ao controlador.

O controlador 72 analisa esses dados, e com base na análise, envia um sinal para qualquer um do sistema de desareamento 62, sistema de flutuação 64, sistema de ozonização 66 e sistema de centrifugação 68 para ou continuar o processo, modificar o processo, ou terminar o processo. Para facilitar essa análise, um armazenamento de dados ou memória 74 pode ser acoplado ao controlador 72 de maneira que o controlador 72 pode comparar dados enviados pelo aparelho de teste 70 com os dados armazenados. O controlador 72 pode enviar um sinal ao aparelho de teste 70 para executar um teste. Exemplos de maneiras pelas quais o controlador 72 pode modificar um processo incluem aumento ou diminuição da força "g" no sistema de centrifugação 68; aumento ou diminuição da temperatura no sistema de flutuação; au-

mento ou diminuição do trabalho/ energia requeridos por qualquer um do sistema de desareamento 62, sistema de flutuação 64, sistema de ozonização 66 e/ou sistema de centrifugação 68; continuar a operação de qualquer um
5 do sistema de desareamento 62, sistema de flutuação 64, ou sistema de ozonização 66 para conseguir uma determinada distribuição de dimensão de partícula desejada; e assemelhados. Conseqüentemente, o sistema 60 pode proporcionar análise de tempo real e realimentação
10 de tempo real, de forma que o processamento de caulim pode ser modificado em tempo real para adequação a necessidades imediatamente existentes.

Os exemplos seguintes ilustram a presente invenção. A não ser que de outro modo indicado nos exemplos seguintes e em qualquer outro ponto do relatório e reivindicações, todas as partes e percentagens são em peso, todas as temperaturas são em graus Celsius, e a pressão é a pressão atmosférica ou próxima da mesma.

20 **Exemplo 1**

A Tabela 1 mostra as características do bruto que é submetido aos métodos da presente invenção.

Tabela 1

<u>Propriedade</u>	<u>Valores</u>
25 Lustração GE	82,6
Área de superfície mínima	20 m ² /g
% de TiO ₂	1,81
% de Fe ₂ O ₃	0,90

Dimensão de partícula,

% de massa mais fina do que

2 micrômetros 82

0,3 micrômetro 38

5 Exemplo 2

O bruto proveniente do Exemplo 1 é submetido a desareiação, ultraflutuação, ozonização e separação centrífuga para resultar em uma corrente de finos e uma corrente de grossos. A flutuação é conduzida de maneira a reduzir o teor de TiO_2 para menos do que 0,7%. A centrífuga é operada sob condições para 18-22% de dimensão de partícula visada de <0,3 micrômetro, que resulta em 74-78% de dimensão de partícula de <2 micrômetros. O grosso é então submetido ainda a uma ação de centrifugação de maneira a recuperar 90% de partículas de <2 μm , que formam a base para produzir o pigmento produzido grosso. As características do grosso em seguida à segunda ação de centrifugação, onde as partículas grossas são rejeitadas refinando desse modo a corrente, e a corrente de finos proveniente da primeira ação de centrifugação estão ilustradas na Tabela 2.

Tabela 2

<u>Propriedade</u>	<u>Grossos</u>	<u>Finos</u>
Lustração GE	87,4	91,2
25 Área de superfície m^2/g	17,3	26,2
% de TiO_2	0,44	9,29
% de Fe_2O_3	0,86	0,89

Dimensão de partícula,

% de massa mais fina do que

2 micrômetros	89	100
0,3 micrômetro	28	71

5 Exemplo 3

A corrente de grossos na Tabela 2 é flocu-
lada utilizando-se ácido sulfúrico, descorada e filtra-
da. A torta de filtro é dispersada com Colloid 154 pa-
ra pH 6,0, secada por pulverização em pasta fluida para
10 70% de sólidos, tratada com 1,5#t (0,075% ativo com ba-
se no peso seco de caulim) de um polímero catiônico
Sharpefloc™ (poliamina de epicloridrina) e Colloid 154
adicional (0,1% com base em caulim seco) é adicionado
para otimizar a dispersão.

15 As características do produto grosso
(Grosso I) juntamente com uma comparação de um pigmento
de caulim produzido grosso comparativo (Comparativo 1)
encontram-se expostas adiante na Tabela 3. O pigmento
produzido grosso comercial é preparado por desareiamen-
20 to, fracionamento, ultra-flutuação, ozonização, flocu-
lação e secagem por pulverização.

Tabela 3

<u>Propriedades</u>	<u>Comparativo 1</u>	<u>Grosso I</u>
Sólidos, %	68,1	68
25 pH	6,7	6,4
Viscosidade Brookfield	278	614
Viscosidade Hercules	381/16	335/16

	Área de superfície m ² /g	12,4	17,5
	Brilho TAPPI, %	90,7	90,5
	Distribuição de Dimensão de Partícula,		
	% de Massa mais fina do que		
5	5 micrômetros	99	99
	2 micrômetros	88	90
	1 micrômetro 89	71	76
	0,3 micrômetro	22	31
	Micrômetro mediano	0,58	0,48

10 De acordo com o conhecimento convencional,
uma estreita distribuição de dimensão de partícula e
baixa área de superfície (menos do que 14 m²/g) resul-
ta em ocultação aperfeiçoada e, assim, brilho e opaci-
dade de folha aperfeiçoados. Assim, não é de se espe-
15 rar que o Grosso I proporcione o mesmo desempenho do
Comparativo 1 neste teste de aplicação.

Os dois pigmentos são avaliados em uma ex-
periência de revestimento piloto. A cor de revestimen-
to é aplicada a um material de base LWC (revestido com
20 peso leve) em um revestimento piloto de aplicação de
prensa de dimensão de um metro e super-calandrado para
conseguir um brilho visado de 45 com o pigmento compa-
rativo 1.

A formulação de cor de revestimento é:

Comparativo 1 ou Grosso I (cau- lim hidratado)	89 partes
Ansilex® 93 (caulim calcinado)	6 partes

Albagloss S (carbonato de cálcio precipitado)	5 partes
Dow Latex FC1060	9 partes por 100 partes de pigmento
Amido Penford 80	9 partes por 100 partes de pigmento
Lubricant-Sequaflow 565	1 parte por 100 partes de pigmento
Insolubilizer-Sequarez 755	0,5 partes por 100 partes de pigmento
Sólidos de cor de revestimento	58%
pH	8,5

A cor de revestimento é aplicada a um material de base de LWC em um dispositivo de revestimento piloto utilizando-se uma aplicação de prensa de dimensão de um metro e super-calandrada para se conseguir brilho visado de 45 com o pigmento comparativo 1. As propriedades da folha estão descritas na Tabela 4.

Tabela 4

	<u>Comparativo 1</u>	<u>Grosso I</u>
Peso revestimento (g/m ²)	12,8	12,7
10 Brilho de folha (%)	45	46
Brilho TAPPI, %	72,5	73,0
Opacidade TAPPI (%)	86,4	87
Lisura - Parker Print Surf		
Apoio macio, 10kgf/cm ²		
15 (micrômetro)	2,1	1,9

Deste modo, surpreendentemente, o produto Grosso I da presente invenção resulta em propriedades de folha que são melhores do que o Comparativo 1 que é baseado nas regras de projeto aceita de produtos produzidos, por exemplo, deslaminção, estreita distribuição de dimen-
5 são de partícula e uma baixa área de superfície. O produto Grosso I é avolumado, mas diferente do Comparativo ', o polímero catiônico é adicionado ao produto de filtro ou pasta fluida de alto teor de sólidos. Da
10 mesma forma, a distribuição de dimensão de partícula do Grosso I é mais estreita, e a área de superfície é mais alta do que no Comparativo 1.

Exemplo 4

Pigmento Grosso II é preparado seguindo-se
15 os procedimentos dos Exemplos 2 e 3 (mas não a mesma carga) e comparado na aplicação com um pigmento deslaminado (Comparativo 2) com uma área de superfície significativamente mais baixa e avolumado com a mesma dosagem do polímero SF26 - 1,5#t (com base no peso de ar-
20 gila seca) o polímero pode ser adicionado ao produto deslaminado ou à pasta fluida de alto teor de sólidos sem um impacto negativo no desempenho de aplicação. O Comparativo II é preparado pela formação de uma suspensão aquosa desfloculada, separação de sedimentação por
25 gravidade, descoramento, filtragem, deslaminção, e então secagem do caulim por pulverização. É de se esperar que a deslaminção e dimensão de partícula levemente mais grossa do Comparativo II aperfeiçoe a capacidade

de de impressão de rotogravura. As propriedades físicas dos pigmentos Comparativo II e Grosso II estão ilustradas na Tabela 5 em seguida.

Tabela 5

	<u>Propriedades</u>	<u>Comparativo II</u>	<u>Grosso II</u>
5	Sólidos, %	66,8	67,2
	pH	6,3	6,3
	Viscosidade Brookfield	220	344
	Viscosidade Hercules	411/16	513/16
10	Área de Superfície (m ² /g)	12,2	16,5
	Brilho TAPPI, %	90,0	90,2
	Distribuição de Dimensão de Partícula,		
	% de Massa mais fina do que		
	5 micrômetros	98	99
15	2 micrômetros	85	91
	1 micrômetro	65	79
	0,3 micrômetro	19	27
	Micrômetro mediano	0,67	0,49

A formulação de cor de revestimento é:

Comparativo II ou Grosso II	90 partes
(caulim hidratado)	
Ansilex® 93	10 partes
Aglutinante Gen Flo 5190	6 partes por 100 partes de pigmento
Sunkote 455	0,80 partes por 100 partes de pigmento

Alcogum L29	0,76 partes por 100 partes de pigmento
Sólidos de cor de revestimento	59%
pH	8,5

A cor de revestimento é aplicada a um material de base de rotogravura LWC em um CLC e calandrado em lab para se conseguir o brilho 50-55 visado com o pigmento Comparativo II. As propriedades de folha e óptica de impressão estão ilustradas na Tabela 6.

Tabela 6

	<u>Comparativo II</u>	<u>Grosso II</u>
Peso revestimento (g/m ²)	7,5	7,5
Brilho de folha (%)	53	57
10 Brilho TAPPI, %	73,7	73,5
Opacidade TAPPI (%)	84,6	84,3
Lisura - Parker Print Surf		
Apoio macio, 10kgf/cm ²		
(micrômetro)	0,83	0,76
15 Teste de hélio (mm) pressão-35 kgf		
Apoio duro	52	55

O pigmento da invenção resulta em um brilho mais alto sob capacidade de impressão de rotogravura comparável, quando medido pelo teste de Helio, e o brilho e opacidade de folha quando comparados com o pigmento comparativo.

Exemplo 5

Os pigmentos provenientes do Exemplo 3 são testados em uma experiência de aparelho de revestimento piloto. A aplicação é ofsete MWC (revestido meio peso), papel Classe 45# #4.

5 A formulação para cor de revestimento é:

Comparativo II ou Grosso II	66 partes
(caulim hidratado)	
Carbonato de Cálcio Moído	- 25 partes
Hydrocarb 90	
TiO ₂ -Dupont Vantage	9 partes
Aglutinante Dow 692A	9 partes por 100 partes de pigmento
Amido Penford PG280	7 partes por 100 partes de pigmento
Crosslinker-Berset 2720	0,5 partes por 100 partes de pigmento
Devflo 50	1 parte por 100 partes de pigmento
Sólidos cor de revestimento	59%
pH	8,5

A cor de revestimento é aplicada a um material de base MWC em um aparelho de revestimento piloto a 1100 m/min e super-calandrado para se conseguir o brilho visado com o pigmento Comparativo II. As propriedades de folha e óptica de impressão estão ilustradas em seguida na Tabela 7.

10

Tabela 7

	<u>Comparativo II</u>	<u>Grosso II</u>
Peso revestimento (g/m ²)	22,0	22,3
Brilho de folha (%)	60	68
Brilho TAPPI, %	82,4	82,2
5 Opacidade TAPPI (%)	91	91,4
Lisura - Parker Print Surf		
Apoio macio, 10kgf/cm ²		
(micrômetro)	1,07	0,98
Prufbau Print Gloss, %	73	76

10 O pigmento da presente invenção proporciona resultados surpreendentes na folha e propriedades ópticas de impressão quando comparado com o produto comparativo.

Exemplo 6

15 Os finos preparados de acordo com o processo do Exemplo 2 são floculados utilizando-se ácido sulfúrico, descorados e filtrados e dispersados e secados por pulverização. O produto seco por pulverização é levado a uma condição de pasta fluida para 70% de sólidos.

20 lidos. O pigmento é designado como Finos I. A Tabela 8 mostra as propriedades físicas do produto e uma comparação com pigmento de lustração fino comercial (Comercial I - Miragloss™ 91, disponível a partir da Engelhard Corporation).

25

Tabela 8

<u>Propriedades</u>	<u>Comercial I</u>	<u>Finos I</u>
Sólidos, %	70	70

	pH	6,8	7,1
	Viscosidade Brookfield	440	850
	Viscosidade Hercules,		
	dinas/440 rpm	5,2	2520 rpm/64 dinas
5	Área de Superfície (m ² /g)	22,5	26
	Brilho TAPPI, %	91,3	91,7
	Distribuição de Dimensão de Partícula,		
	% de Massa mais fina do que		
	2 micrômetros	99	99
10	1 micrômetro	96	98
	0,5 micrômetro	88	92
	0,3 micrômetro	66	72

A amostra de Finos I exhibe viscosidade de cisalhamento baixa mais elevada e também viscosidade de cisalhamento alta mais deficiente do que o pigmento comercial. O teor de finos e área de superfície mais elevados no pigmento de Finos I explica porque a viscosidade de Brookfield é mais elevada do que no pigmento comercial. Entretanto, com base na curva de distribuição de dimensão de partícula mais ampla para a amostra de Finos I, espera-se uma viscosidade de cisalhamento alta melhor, uma vez que a eficiência de acondicionamento deverá ser melhor do que no pigmento Comercial I. Entretanto, o equipamento Sedigraph mede o diâmetro em Stokes equivalente e, portanto, é possível que as partículas no Comercial I tenham uma morfologia diferente (por exemplo, relação de aspecto mais baixa) do que as

partículas nos Finos I, de forma que obtém-se viscosidade aperfeiçoada. Quando a amostra de Finos I é misturada ao nível de 40% com a amostra Comercial I, surpreendentemente a viscosidade de cisalhamento alta é semelhante às amostras Comerciais I como ilustrado na Tabela 9 adiante. As misturas entre 40/60 e 0/100 de Finos I/Comercial I são semelhantes às propriedades físicas de Comercial I. Acima de 40% dos Finos I, a viscosidade de cisalhamento alta do produto tende a aumentar de forma tal que, tipicamente, a especificação de max 7 dinas/4400 rpm não é alcançada.

Tabela 9

<u>Propriedades</u>	<u>Comercial I/ Finos I em relação de mistura 60/40</u>
Sólidos, %	70
pH	7
Viscosidade Brookfield	610
Viscosidade Hercules, di- nas/4400 rpm	7
Área de superfície (m ² /g)	23
Brilho TAPPI, %	91,1
Distribuição de Dimensão de Partícula, % de massa mais fina do que:	
2 micrômetros	99
1 micrômetro	96
0,5 micrômetro	89
0,3 micrômetro	68

Desta forma, a mistura dos dois produtos (ou correntes em processo apropriadas) processados através de diferentes metodologias que podem diferir em morfologia de caulim ou relação de aspecto resulta em um produto que
5 é semelhante a um dos produtos que é desejado. Assim procedendo, o custo do produto desejado pode ser significativamente reduzido uma vez que o material de partida a partir do qual o outro produto fino é processado é de custo mais baixo e as partículas grossas geradas como subproduto são suscetíveis de serem utilizadas como
10 um produto de dimensão de partícula produzida grossa.

Exemplo 7

Finos I é misturado com um produto (Comercial IV - argila de brilho superior #2, Ultracote™ 90) com uma morfologia diferente daquela que é derivada dos
15 Finos. As características de cada um dos produtos juntamente com a mistura estão ilustradas na Tabela 10. As propriedades físicas do produto são semelhantes a Miragloss™ OP (Comercial V) com melhor brilho de pigmento para o pigmento misturado da invenção.
20

Tabela 10

Propriedades	Finos I	Comercial	Finos	Comercial
		IV	II/Com IV (70/30)	V
Sólidos, %	70	70	70	70
pH	7,6	6,3	6,3	6,7
Visc. Brookfield	900	300	478	275

Área de superfície (m ² /g)	25	15	22	21
Brilho TAPPI, %	92,3	90,0	91,0	90,5
Distribuição de Dimensão de Partícula, % de massa mais fina do que:				
2 micrômetros	98	79	94	95
1 micrômetro	98	67	89	90
0,5 micrômetro	91	49	80	75
0,3 micrômetro	71	31	60	59
Visc. Hercules				
Dinas/4400 rpm	3640/64	*	18	14
	(2 di-	(7 di-		
	nas/1100	nas/1100		
	rpm)	rpm)		

É de se esperar que os pigmentos misturados sejam piores do que os Finos I com base nas medições de viscosidade de alto cisalhamento a 1100 rpm.

- 5 Muito embora a invenção fosse exposta em relação a determinadas concretizações, deverá ser compreendido que várias modificações da mesma serão facilmente evidenciadas para aqueles versados na técnica quando da leitura do relatório. Conseqüentemente, deve
- 10 ficar entendido que a invenção exposta neste contexto destina-se a abranger todas essas modificações que incidirem dentro do escopo das reivindicações em anexo.

REIVINDICAÇÕES

1 - Método para o processamento de caulim, **caracterizado pelo fato** de compreender, sucessivamente:

proporcionar um bruto de caulim que compreende uma
5 quantidade principal de caulim cinza e uma quantidade menor de caulim branco;

desarear o bruto de caulim;

submeter o bruto de caulim desareado para flotação para proporcionar um caulim dotado de teor de titânia
10 reduzido;

ozonizar o caulim dotado de teor de titânia reduzido;

centrifugar o caulim a altas velocidades para proporcionar uma corrente de grossos e uma corrente de finos, a corrente de grossos compreendendo caulim em que
15 pelo menos 70%, em peso, têm uma dimensão de 2 micrômetros ou menos, a corrente de finos compreendendo caulim em que pelo menos 80%, em peso, têm uma dimensão de 1 micrômetro ou menos;

refinar a corrente de grossos em um pigmento de caulim
20 produzido grosso; e

refinar a corrente de finos em um pigmento de caulim de lustração fino.

2 - Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de que a centrifugação a altas
25 velocidades envolve a utilização sob forças "g" acima de 2.000 até 10.000 e o bruto de caulim compreende pelo menos 70% de caulim cinza e menos do que 30% de caulim branco,

3 - Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de que a flotação reduz o teor de

titânia do caulim para menos do que 1%, em peso, e a ozonização compreende contatar entre 0,045 até 9,072 kg (0,1 até cerca de 20 libras) de ozônio por tonelada de caulim.

5 4 - Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizada pelo fato** de compreender ainda centrifugar o caulim a baixas velocidades antes da flotação ou depois da centrifugação do caulim a altas velocidades.

10 5 - Método de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado pelo fato** de que a centrifugação a baixas velocidades envolve a utilização de forças "g" de 200 até 2.000.

15 6 - Método de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo fato** de que refinar a corrente de grossos compreende pelo menos duas de deslaminação, descoramento, filtragem e secagem por pulverização e a refinação da corrente de finos compreende pelo menos duas de deslaminação, descoramento, filtragem e secagem.

20 7 - Método para o processamento de caulim, **caracterizado pelo fato** de compreender sucessivamente:

proporcionar um bruto de caulim que compreende pelo menos 60% de caulim cinza e menos do que 40% de caulim branco;

desarear o caulim bruto;

25 submeter o bruto de caulim desareado à flotação para proporcionar um caulim dotado de teor de titânia reduzido;

ozonizar o caulim dotado de teor de titânia reduzido;

centrifugar o caulim a altas velocidades para proporcionar uma corrente de grossos e corrente de finos, a

corrente de grossos compreendendo caulim em que pelo menos 80%, em peso, tem uma dimensão de 2 micrômetros ou menos, a corrente de finos compreendendo caulim em que pelo menos 80%, em peso, tem uma dimensão de 1 micrômetro ou menos; e

5 descorar, filtrar, e secar por pulverização a corrente de grossos para proporcionar um pigmento de caulim produzido grosso.

8 - Método de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado pelo fato** de que compreende adicionalmente
10 refinar a corrente de finos em um pigmento de caulim de lustração fino.

9 - Método de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado pelo fato** de compreender ainda a combinação da corrente de finos com um caulim branco para proporcionar
15 um pigmento de caulim dotado de um brilho de pelo menos 90.

10 - Método de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado pelo fato** de que a desareiação do bruto de caulim compreende fazer passar o bruto de caulim através de uma peneira de 325 malhas ou menor e a flotação compreende
20 um de flotação em espuma, ultra flotação, e flotação TREP.

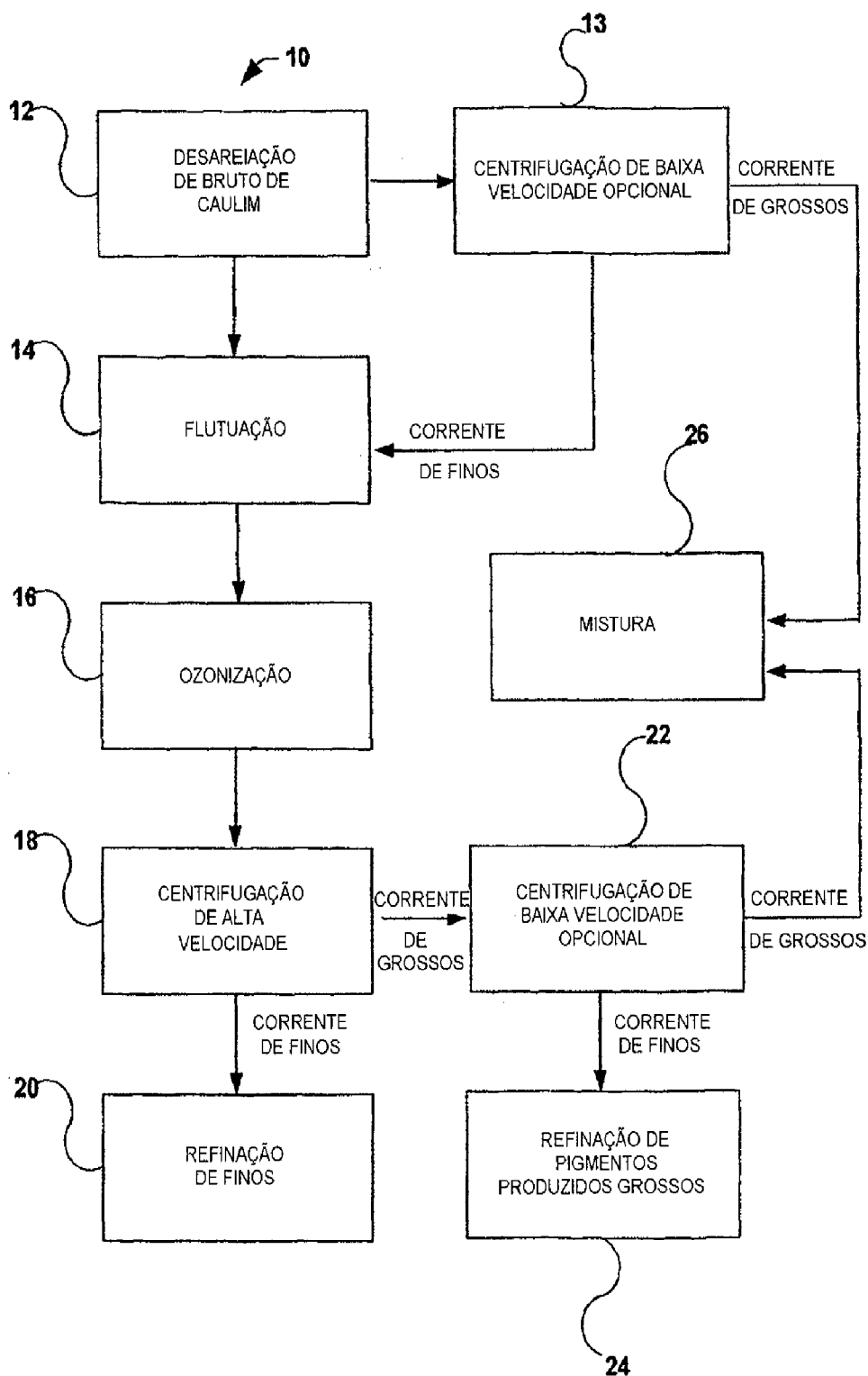


FIG. 1

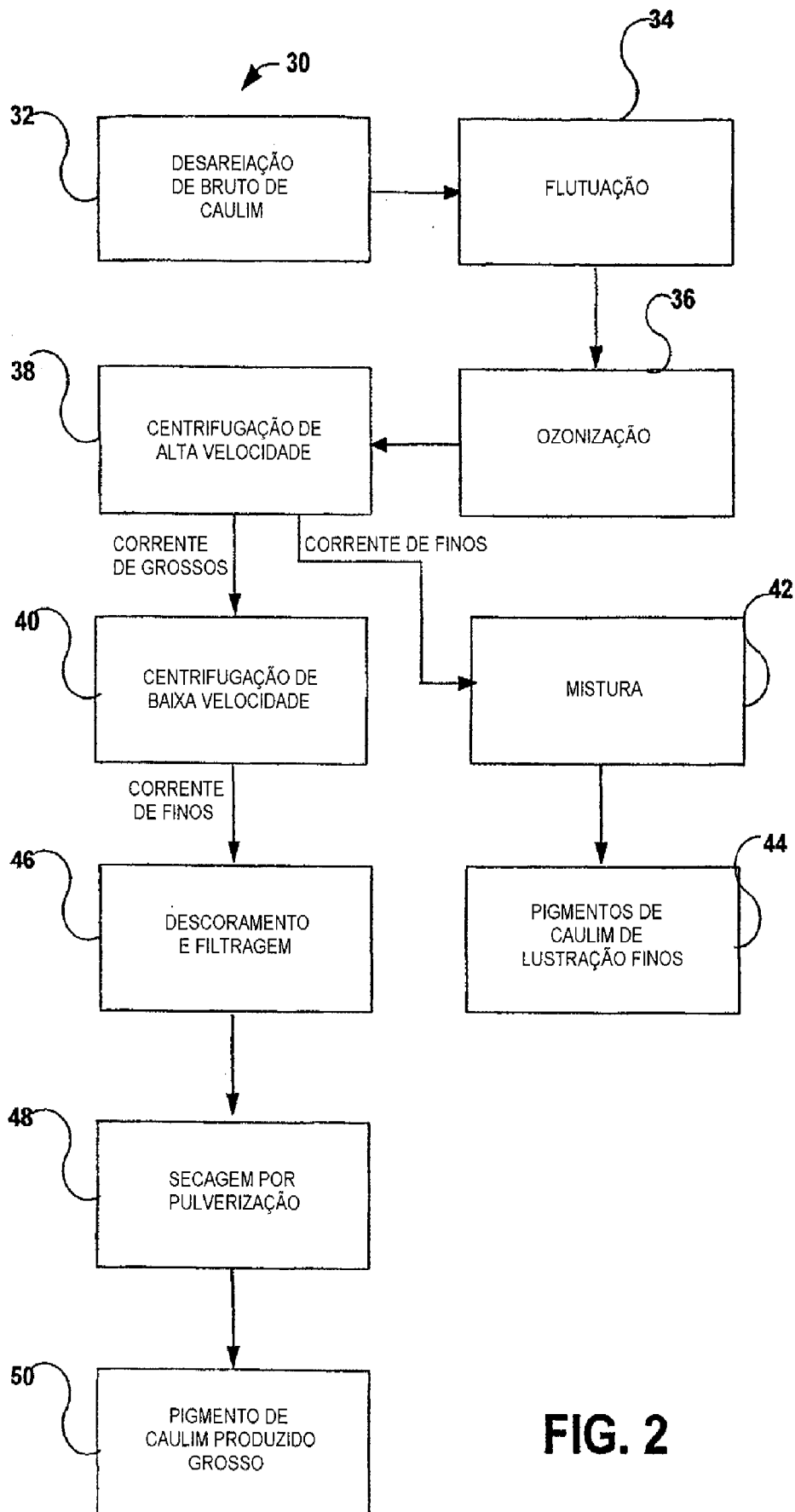
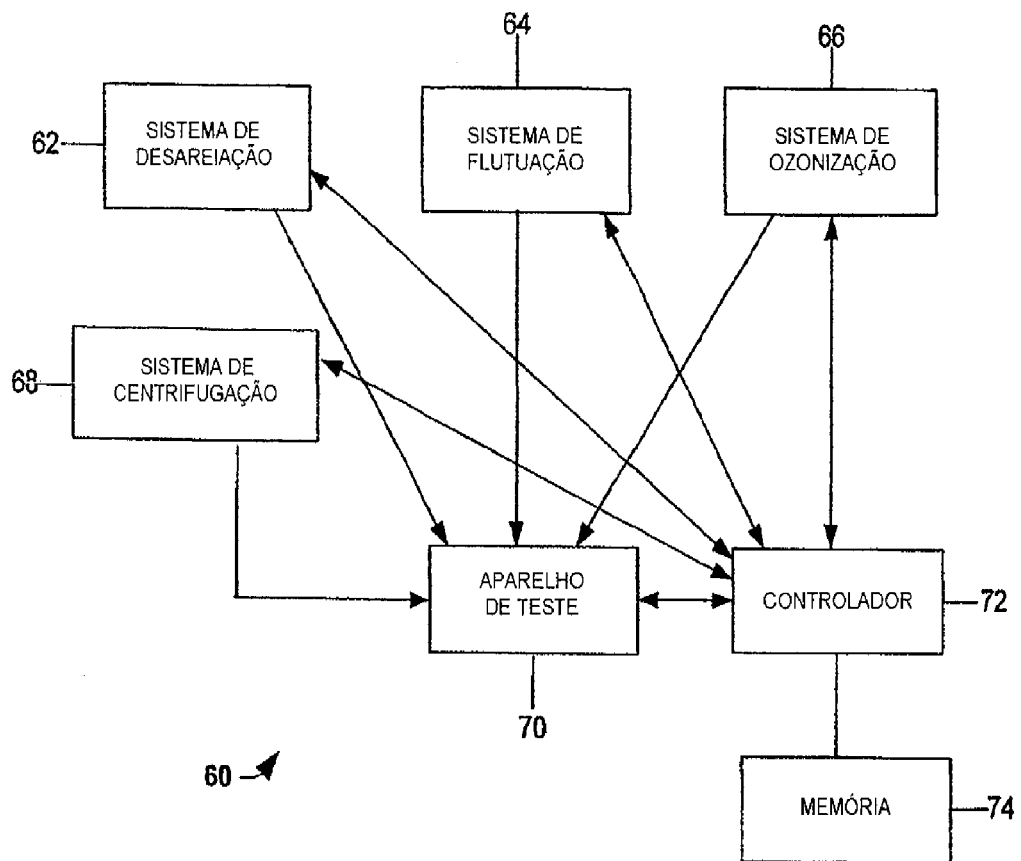


FIG. 2

**Fig. 3**

RESUMO

MÉTODO PARA O PROCESSAMENTO DE CAULIM

Expõem-se métodos para o processamento de caulim para produzir duas classes distintas de caulim de uma maneira simultânea. Os métodos envolvem processar caulim por remoção de areia de um caulim bruto; submeter o caulim bruto desarejado a flotação para proporcionar um caulim dotado de teor de titânia reduzido; ozonizar o caulim dotado de teor de titânia reduzido; 5 centrifugar o caulim para proporcionar uma corrente de grossos e uma corrente de finos; refinar a corrente de brutos em um pigmento de caulim produzido grosso; e refinar a corrente de finos em um pigmento de caulim brilhante fino. Expõem-se igualmente sistemas para o processamento automatizado de caulim para produzir duas 15 classes distintas de caulim com realimentação de tempo real.