



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 271 469**

51 Int. Cl.:
C09C 1/42 (2006.01)
D21H 19/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Número de solicitud europea: **03075364 .4**
86 Fecha de presentación : **06.02.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1347017**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **24.09.2003**

54 Título: **Pigmento caolín de alto rendimiento y procedimiento para hacer el mismo.**

30 Prioridad: **12.03.2002 BR 0202268**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2007

73 Titular/es: **Companhia Vale Do Rio Doce**
BR 262, Km. 296, P.O. Box 9
33030-970 Santa Luzia, Minas Gerais, BR

72 Inventor/es: **Almeida Valadares, Maria Cristina y**
Duarte Neto, Joao

74 Agente:
Gómez-Acebo y Duque de Estrada, Ignacio

ES 2 271 469 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

Pigmento caolín de alto rendimiento y procedimiento para hacer el mismo.

5 Descripción de la invención

La presente solicitud se refiere a un pigmento caolín de alto rendimiento, a un color de recubrimiento de papel que contiene pigmento caolín de alto rendimiento, así como a un procedimiento para hacer pigmento de caolín de alto rendimiento.

10 De una manera más específica, la presente invención se dirige a productos de caolín para usar en recubrimiento de papel y un procedimiento para hacer el mismo, en especial pigmentos caolín que tengan características ópticas y reológicas mejoradas, su uso y procedimientos para hacerlo.

15 Como es conocido por aquellos expertos en la materia, caolín es una piedra hecha de minerales de arcilla, siendo la caolinita el mineral predominante. El caolín puede usarse en un número de aplicaciones industriales en vista de sus características tales como inercia química en un amplio rango de pH, color blanco, abrasión baja, conductividad eléctrica baja y conductividad térmica baja, teniendo partículas con forma y tamaño adecuados que proporcionan buen recubrimiento y buena reología, además de un coste bajo si se compara con otros materiales similares.

20 Sin embargo, el caolín pocas veces aparece en forma pura, siendo necesario el uso de procedimientos de procesamiento específicos bien conocidos ya en la práctica industrial para eliminar los componentes conocidos como perjudiciales. Algunos componentes proporcionan un color indeseable al caolín, tales como impurezas de hierro y titanio, otros proporcionan abrasión, tales como la presencia de arena, mientras que otros pueden ser perjudiciales para la reología, tales como la presencia de minerales de arcilla que tengan estructura morfológica y cristalina diferente a la de la caolinita.

25 Otro aspecto importante es que las características del pigmento caolín varían de depósito a depósito y pueden aparecer diferencias significativas en sus características incluso para un depósito en particular. Por ejemplo, en los depósitos situados en la cuenca del río Capim, en la región del norte de Brasil, pueden existir en el mismo depósito dos tipos de caolín en bruto, en este documento denominados caolín grueso y caolín fino.

30 Frecuentemente, puede observarse una capa de transición delgada entre los dos tipos de caolín. Los caolines grueso y fino tienen características completamente diferentes en vista de sus orígenes geológicos diferentes.

35 El caolín grueso tiene una distribución de tamaño estrecha, principalmente en el extremo fino de la curva de distribución de tamaño, típicamente con como mucho 15% en masa inferior a $0,2 \mu\text{m}$ en la fracción desarenada. Una segunda característica del caolín grueso es el grado de cristalización de caolinita más alto. El grado de cristalización puede cuantificarse mediante el índice de Hinckley que evalúa la correcta formación la estructura cristalina de caolinita. Usualmente, el caolín grueso tiene un índice de Hinckley mayor de 0,6. Otra característica del caolín grueso de la región de Río Capim es su morfología que aparece como placas individuales grandes. En la región de caolín de Georgia en Estados Unidos, el caolín grueso que tiene tamaño similar al del caolín grueso de la región de Río Capim puede encontrarse como en "libros", es decir, tienen placas de caolinita empaquetadas. Estos "libros" de caolín requieren un procedimiento mecánico, denominado delaminación, para convertir los "libros" de caolinita en partículas individuales. Una vez que se han convertido en partículas individuales, las partículas de caolinita proporcionan un buen recubrimiento para el papel, mejorando la opacidad del papel de recubrimiento. Sin embargo, este procedimiento mecánico de hacer partículas de caolinita individuales daña las partículas, haciendo que tengan bordes irregulares. Las partículas de caolín grueso de la región de Río Capim están provistas de la forma hexagonal conservada, lo que es característico de la caolinita. La conservación de los bordes regulares de las partículas de caolinita contribuye a la mejor reología del pigmento.

40 45 50 Por otro lado, el caolín fino está provisto de una gran cantidad de finos con al menos 30% en masa inferior a $0,2 \mu\text{m}$ en la fracción desarenada. Además de ser pequeñas, las partículas de caolín fino tienen una forma más esférica y un grado de cristalización menor, con un índice de Hinckley por debajo de 0,5.

55 En algunas aplicaciones, las especificaciones requeridas para el pigmento caolín son bastante estrictas, como en el caso de su uso en papel. Los pigmentos caolín se usan mucho para rellenar y cubrir productos de papel. La lámina de papel, cuando comprende sólo fibras de celulosa, tiene una superficie bastante irregular lo que provoca que haya áreas libres entre las fibras. El pigmento caolín puede usarse en la industria papelera como un relleno para rellenar los espacios libres entre las fibras o como un recubrimiento para hacer la superficie más regular. El recubrimiento proporciona al papel una superficie más lisa en la que se sitúa mejor la tinta de impresión, dando además como resultado una apariencia visual mejor del papel impreso.

60 65 Las especificaciones del pigmento caolín para usarse como un recubrimiento son bastante más estrictas que si se usa como un relleno. Las propiedades tales como opacidad, claridad, brillo del papel y brillo de la impresión, denominadas aquí brevemente propiedades ópticas, así como las propiedades reológicas, son de gran importancia si el pigmento se aplica como recubrimiento.

ES 2 271 469 T3

Con la llegada de las máquinas de recubrimiento con una velocidad aumentada, la reología de los pigmentos tiende a jugar un papel bastante importante en la etapa de aplicación. Durante la aplicación del recubrimiento al papel, el pigmento caolín se somete a velocidad de cizallamiento elevada, requiriendo además una reología óptima de la suspensión de caolín.

5

Se sabe que, para un mismo pigmento caolín, cuanto mayor sea el contenido en sólidos, mayor es la viscosidad resultante. Los pigmentos caolín que tienen una viscosidad baja a una velocidad de cizallamiento alta y un contenido en sólidos alto se consideran productos diferenciados, ya que permiten que la máquina de recubrimiento funcione a una velocidad alta, mejorando además la productividad, así como reduciendo los costes de secado. Si el pigmento caolín no tiene una buena reología, la máquina de recubrimiento deberá funcionar a velocidades más bajas, lo que da como resultado una pérdida de productividad, o el color de recubrimiento debería diluirse, dando como resultado un coste mayor en la etapa de secado.

10

Los pigmentos que tienen propiedades ópticas mejoradas son interesantes para la industria papelera en vista de la demanda en aumento de papeles recubiertos de calidad alta. Sería de gran interés para la industria papelera, un pigmento caolín que tenga una viscosidad más baja a velocidades de cizallamiento altas y suspensiones con contenido en sólidos alto y que además confieran propiedades ópticas buenas al papel recubierto, tales como alta claridad, brillo del papel y brillo de la impresión altos, sin pérdida de opacidad. Los pigmentos de caolín fino disponibles comercialmente proporcionan gran brillo al papel y baja viscosidad a velocidades de cizallamiento altas y contenido en sólidos alto, pero con pérdida en el brillo y opacidad de la impresión. Se sabe que la presencia de finos mejora la viscosidad a velocidades de cizallamiento altas así como el brillo del papel, pero es perjudicial para el brillo y opacidad de la impresión. Se sabe también que partículas con forma de placa y distribución de tamaño de partícula estrecha, contribuyen a la opacidad del papel, pero son perjudiciales para la reología del pigmento. Sin embargo, mediante el control estricto del tamaño y forma de las partículas, así como la distribución del tamaño y forma de las partículas, es posible obtener pigmentos caolín que tengan propiedades reológicas y ópticas mejoradas al mismo tiempo.

15

La patente de EE. UU. 9.928.189 describe un pigmento caolín que consiste en caolín grueso o una mezcla que contiene caolín grueso y caolín fino que tiene características mejoradas tales como claridad, opacidad, brillo del papel y brillo de la impresión. El procedimiento para hacer este pigmento comprende la eliminación de la fracción fina del caolín grueso, permaneciendo sólo la fracción gruesa, fracción que se caracteriza por tener más partículas esféricas en el extremo grueso y partículas con forma de placa en el extremo fino, dando como resultado además una relación de dimensiones media mayor de 12. Si el caolín grueso sólo con los finos eliminados no muestra una buena fluidez, se añade al mismo caolín fino a una relación de 0,1% a 30% en masa. El caolín grueso tiene un índice de Hinckley mayor de 0,6 y el caolín fino un índice de Hinckley menor de 0,5. El pigmento resultante tiene al menos 91% en masa menor de $2\ \mu\text{m}$ y como mucho 30% en masa menor de $0,25\ \mu\text{m}$ y una viscosidad Hércules mayor de 250 rpm a 18 dinas (0,17 N) para un contenido en sólidos que varía de 65% a 75%.

20

25

Normalmente, el tamaño de las partículas de caolín se mide mediante métodos de sedimentación en un medio acuoso y se expresa en términos de diámetro esférico equivalente, a pesar del hecho de que las partículas de caolín no son esféricas. El tamaño de partícula inferior a $2\ \mu\text{m}$ se usa ampliamente en la industria papelera como un parámetro de control, aunque desde el punto de vista del procedimiento no pueden determinarse las características del pigmento. El equipo usado normalmente para evaluar la distribución del tamaño de pigmentos es el analizador "Sedigraph".

30

Las medidas directas de la relación de dimensiones se llevan a cabo normalmente por medio de un microscopio electrónico y comprenden la medida de la dimensión más alta y la dimensión más baja de cada partícula, que en el caso de la caolinita representa su espesor. La relación entre la dimensión más alta y más baja representa la medida de la relación de dimensiones. Tales medidas deben llevarse a cabo en un gran número de partículas para asegurar un valor de relación de dimensiones representativo.

35

El viscosímetro Hércules es el equipo más usado para evaluar la viscosidad de un pigmento a velocidades de cizallamiento altas. Los pigmentos que muestran una viscosidad alta tienen sus medidas presentadas en rpm a 18 dinas (0,17 N). Según disminuye la viscosidad, los valores en rpm aumentan, pero de manera general, las viscosidades presentadas en rpm significan valores de viscosidad altos. Los pigmentos que muestran valores de viscosidad bajos se presentan en el viscosímetro Hércules en dinas (Newton), normalmente a 1.100 rpm. Según disminuye la viscosidad, los valores en dinas (Newton) también disminuyen. Además, se sabe que un pigmento muestra buenas propiedades reológicas cuando sus valores de viscosidad Hércules se presentan en dinas (Newton) y con un contenido en sólidos alto.

40

45

Por lo tanto, uno de los objetivos de la presente invención es proporcionar un pigmento caolín para el recubrimiento de papel con características ópticas y reológicas mejoradas, que permita su aplicación con contenido en sólidos alto.

50

Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un color de recubrimiento para el papel que contenga un pigmento caolín hecho mezclando la fracción fina del caolín fino con la fracción fina del caolín grueso, dando como resultado un pigmento con características de tamaño y forma de partícula bien definidas, así como distribución de tamaño y forma de partícula, asegurando además características reológicas buenas para el color de recubrimiento y propiedades ópticas mejoradas para el papel recubierto. Esta meta se consigue gracias al caolín de alto rendimiento según se reivindica en la reivindicación 1.

55

60

65

ES 2 271 469 T3

Todavía otro objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento para hacer un pigmento caolín que tenga características ópticas y reológicas mejoradas que permita su aplicación a alto contenido en sólido. Esta meta se consigue gracias a un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 7.

5 Además, la presente patente satisface la necesidad de la industria papelera de tener pigmentos caolín con propiedades ópticas y reológicas mejoradas al mismo tiempo. La presente invención describe un proceso en el que el caolín fino y el grueso se mezclan pero solo se usa la fracción fina del caolín grueso. Mediante el control estricto del tamaño y la forma de las partículas, así como la distribución del tamaño y la forma de las partículas, se puede obtener un pigmento de caolín con características ópticas y reológicas mejoradas al mismo tiempo.

10 Con la presente invención, puede verse que la distribución de la forma de las partículas no sigue una distribución regular y, por lo tanto, un valor medio solo no constituye un buen parámetro para caracterizar el pigmento. La distribución de la forma evaluada a través de un microscopio de barrido electrónico para la fracción fina del caolín grueso muestra valores de relación de dimensiones medios de como mucho 15 para el extremo fino y como mucho 30 para el extremo grueso. Esta distribución de la forma particular asociada con una distribución de tamaño de partícula estrecha, da como resultado un brillo del papel alto, alta claridad y se mantiene todavía un brillo de impresión alto y opacidad buena, características que no son típicas del caolín con un tamaño de partícula fina. Aunque la estrecha distribución del tamaño de partícula y la relación de dimensiones obtenidas en el extremo grueso favorece que se logre brillo en la impresión y opacidad buenos, estas características son perjudiciales para lograr valores de viscosidad bajos a velocidades de cizallamiento altas. La presente invención asegura que se logran valores de viscosidad Hércules bajos usando una mezcla de caolín fino en proporciones bajas en el orden de 5% a 25% en masa, preferentemente 15%. Esta reducción significativa en los valores de viscosidad mediante la inyección de cantidades pequeñas de caolín fino se alcanza debido al uso de la fracción fina de caolín grueso solo. El uso de la fracción gruesa no permitiría lograr las mismas reducciones de viscosidad con un participación baja de caolín fino. Este bajo uso de caolín fino es fundamental para no producir ningún efecto perjudicial en las otras propiedades ópticas, tales como opacidad. La mezcla de caolín fino y grueso en estas condiciones permite al nuevo pigmento lograr valores de viscosidad Hércules bajos, en dinas (Newton), en un contenido en sólidos de 70% a 75%.

30 Aquellos expertos en el procesamiento de caolín saben que los pigmentos que se dispersan a contenido en sólidos alto, sobre 70% de sólidos y tienen una viscosidad Hércules en dinas (Newton), muestran grandes ventajas en vista de la productividad que se consigue en la máquina de recubrimiento de papel y la reducción en los costes de secado. Además, un cambio en el orden de 1% en el valor de contenido en sólidos del pigmento aplicado al papel representa logros significativos para la industria papelera.

35 Estos y otros objetivos y ventajas de la presente invención se consiguen mediante un pigmento caolín de alto rendimiento, con un color de recubrimiento de papel que contiene pigmento caolín de alto rendimiento y con un procedimiento para hacer pigmento caolín de alto rendimiento. El pigmento caolín tiene propiedades ópticas y reológicas mejoradas simultáneamente conseguidas mediante un control estricto del tamaño y forma de las partículas, así como distribución de tamaño y forma de las partículas. Dicho pigmento caolín tiene características de claridad ISO mayores de 88,5, una distribución de tamaño de partículas con al menos 94% en masa menor de $2\ \mu\text{m}$ y como mucho 25% en masa menor de $0,2\ \mu\text{m}$ y una viscosidad Hércules a 1.100 rpm inferior de 18 dinas (0,17 Newton) en suspensiones que tengan un contenido en sólidos de 70%-75% en sólidos. El procedimiento para hacer el pigmento de alto rendimiento supone las etapas de procesamiento de caolín grueso que comprende la dispersión, desarenado para eliminar arena, centrifugación para deshacerse de la fracción gruesa y eliminación de las impurezas mediante procedimientos convencionales tales como separación magnética, flotación y lixiviación química; dicho procedimiento supone también las etapas de procesamiento de caolín fino que comprende la dispersión, desarenación para eliminar arena, centrifugación para deshacerse de la fracción gruesa y eliminación de las impurezas mediante procedimientos convencionales tales como separación magnética, flotación y lixiviación química; en el que en la etapa de centrifugación para procesar caolín grueso se obtiene una fracción fina, caracterizado porque una estrecha distribución de tamaño de partículas con al menos 94% en masa menor de $2\ \mu\text{m}$ y como mucho 18% en masa menor de $0,2\ \mu\text{m}$; mientras que en la etapa de centrifugación para procesar caolín fino se obtiene una fracción fina, caracterizada por una distribución de tamaño de partícula con al menos 90% en masa menor de $0,5\ \mu\text{m}$ y al menos 50% en masa menor de $0,2\ \mu\text{m}$.

55 Los otros objetivos de la presente patente se entenderán mejor leyendo la siguiente descripción detallada.

Según la presente invención, el pigmento se produce a partir de la mezcla de diferentes tipos de caolín en bruto, en este documento denominados caolín grueso y caolín fino, preferentemente originados a partir de depósitos sedimentarios tales como, por ejemplo, de la región de Río Capim en Brasil. El caolín grueso tiene características de tamaño y forma de partículas bastante diferentes de las del caolín fino. El caolín grueso difiere del caolín fino en vista de un tamaño de partícula más grande, una mayor presencia de partículas con forma de placa y un grado de cristalización mayor, normalmente con un índice de Hinckley mayor de 0,6. La distribución del tamaño de partículas de la fracción desarenada del caolín grueso presenta de 55% a 75% en masa menor de $2\ \mu\text{m}$ y como mucho 15% en masa menor de $0,2\ \mu\text{m}$. El caolín fino difiere en vista de su tamaño de partícula menor, una presencia mayor de partículas esféricas y un grado de cristalización menor, normalmente con un índice de Hinckley menor de 0,5. La distribución del tamaño de partículas de la fracción desarenada del caolín fino muestra al menos 75% en masa menor de $2\ \mu\text{m}$ y al menos 30% en masa menor de $0,2\ \mu\text{m}$. En la tabla 1 se dan ejemplos de distribución de tamaño de partículas de caolín grueso y fino adecuados para hacer el pigmento de la presente patente.

ES 2 271 469 T3

TABLA 1

Características del tamaño de partícula de caolín grueso y fino desarenado

Tamaño (μm)	Fracción desarenada (% en masa menor de)			
	Caolín grueso A	Caolín grueso B	Caolín fino C	Caolín fino D
10	91,4	93,6	94,1	95,1
5	81,6	87,2	89,0	91,8
2	59,4	73,5	79,9	90,8
1	40,3	61,2	71,7	88,1
0,5	19,0	43,1	61,3	82,2
0,2	6,5	12,7	32,1	53,7

El caolín grueso en bruto se dispersa en suspensión que contiene de 40% a 60% en sólidos con poliacrilato sódico o cualquier otro agente de dispersión usado para dispersar caolín, tal como hexametáfosfato y silicato sódicos. La pulpa dispersada se somete a la etapa de eliminación de arena mediante tamices, cajones de arena e hidrociclones. La suspensión desarenada se somete después a eliminación de la fracción gruesa mediante centrífugas de modo que se logre una estrecha distribución del tamaño de partículas con al menos 94% en masa menor de 2 μm y como mucho 18% en masa menor de 0,2 μm .

Otra característica importante de la fracción fina del caolín grueso es la distribución de relación de dimensiones: en el extremo fino de la curva de distribución de tamaño de partículas, las partículas son más esféricas con una relación de dimensiones de como mucho 15 y en el extremo grueso las partículas son en forma de placa con una relación de dimensiones media de como mucho 30. La fracción fina de caolín grueso se somete después a las etapas de eliminación de impurezas convencionales, tales como separación por gradiente magnético, flotación y lixiviación química. Otra forma de realización de la presente patente consta de las etapas de eliminación de impurezas, tales como separación magnética y flotación, que se llevan a cabo antes de la centrifugación.

El caolín fino en bruto se dispersa en suspensión que contiene de 40% a 60% de sólidos con poliacrilato sódico o cualquier otro agente de dispersión usado para dispersar caolín, tal como hexametáfosfato y silicato sódicos. La pulpa dispersada se somete después a la etapa de eliminación de arena mediante tamices, cajones de arena e hidrociclones. La suspensión desarenada se somete después a la etapa de eliminación de la fracción gruesa mediante centrífugas de modo que se logre una distribución del tamaño de partículas con al menos 90% en masa menor de 0,5 μm y al menos 50% en masa menor de 0,2 μm . La fracción fina de caolín fino se somete después a las etapas de eliminación de impurezas convencionales, tales como separación por gradiente magnético elevado, floculación selectiva y lixiviación química. Otra forma de realización de la presente patente consiste en llevar a cabo las etapas de eliminación de impurezas, tales como separación magnética y floculación antes de la centrifugación. Normalmente, la lixiviación química es la etapa de eliminación de impurezas final y se lleva a cabo con la suspensión en un estado coagulado. Tras la lixiviación química, la suspensión todavía en estado coagulado se somete a una etapa de filtración en un filtro de vacío o presión para eliminar las impurezas filtradas. La torta de caolín resultante se redispersa con un agente de dispersión, tal como poliacrilato sódico. Las suspensiones de caolín grueso y fino redispersadas se mezclan en una proporción de 5%-25% en masa de caolín fino. Otra forma de realización de la presente patente consiste en hacer la mezcla de caolín grueso y fino, en una proporción de 5%-25% en masa de caolín fino, tras la centrifugación. En esta forma de realización, las etapas de eliminación de impurezas de caolín grueso y fino se llevan a cabo juntas. La mezcla de pigmento puede usarse tanto como un producto en suspensión como en polvo. Para lograr el contenido en sólidos deseado se usan comúnmente evaporadores o secadores por pulverización para eliminación de agua.

El pigmento caolín obtenido por este procedimiento tiene una claridad ISO mayor de 88,5, que varía de 88,5 a 91,0; una distribución de tamaño de partículas con al menos 94% en masa menor de 2 μm y como mucho 25% en masa menor de 0,2 μm ; una viscosidad Hércules a 1.100 rpm menor de 18 dinas (0,17 Newton) en suspensiones que tengan un contenido en sólidos de 70%-75% sólidos.

Más abajo se darán un número de ejemplos asociados con la presente invención. En un primer ejemplo, se usa el caolín grueso que tiene características de tamaño de partículas que se muestran en la tabla 2. El caolín grueso se dispersa en 50% sólidos con poliacrilato sódico a una dosis de 0,9 kg/t y carbonato sódico anhidro para corregir el pH. La suspensión dispersada se desarena en un tamiz de malla 325. La suspensión desarenada se centrifuga en una centrífuga Bird obteniendo las fracciones fina y gruesa. Se desecha la fracción gruesa y la fracción fina muestra las siguientes características: 97,2% en masa menor de 2 μm y 10,5% en masa menor de 0,2 μm ; valores de relación de

ES 2 271 469 T3

dimensiones medios en el extremo fino de 7,6 y en el extremo grueso de 19,4. La fracción fina de caolín grueso se somete a una etapa de concentración en un separador magnético criogénico Carpco y el producto no magnético se blanquea con ditionita sódica a dosis de 1 kg/t y después se redispersa con poliacrilato sódico.

5

TABLA 2

Características del tamaño de partícula de caolín grueso desarenado

Tamaño (μm)	Caolín grueso desarenado (% en masa menor de)
10	91,5
5	81,8
2	61,5
1	41,3
0,5	19,5
0,2	4,2

25

Las características del tamaño de partículas del caolín fino usado se dan en la tabla 3. El caolín fino se dispersa en 50% de sólidos con poliacrilato sódico a una dosis de 5 kg/t y carbonato sódico anhidro para corregir el pH. La suspensión dispersada se desarena en un tamiz de malla 325. La suspensión desarenada se centrifuga en una centrifuga Bird, obteniendo además unas fracciones fina y gruesa. Se desecha la fracción gruesa y la fracción fina muestra las siguientes características: 98,7% en masa menor de 2 μm y 62,6% en masa menor de 0,2 μm . La fracción fina se somete a una etapa de concentración en un separador magnético criogénico Carpco y el producto no magnético se blanquea con ditionita sódica a dosis de 2 kg/t y después se redispersa con poliacrilato sódico.

35

TABLA 3

Características del tamaño de partícula de caolín fino desarenado

Tamaño (μm)	Caolín fino desarenado (% en masa menor de)
10	95,7
5	92,0
2	85,9
1	82,9
0,5	78,1
0,2	53,5

55

El pigmento descrito en este ejemplo comprende una mezcla que contiene 15% en masa de caolín fino redispersado con 85% en masa de caolín grueso redispersado.

60

En los ejemplos de aplicación que siguen, el pigmento de la presente patente se compara con un pigmento de alta calidad usado en la industria y en este documento llamado pigmento de referencia, en aplicaciones que se deducen. En la tabla 4, se dan las características del pigmento descrito en este ejemplo y aquel pigmento de referencia.

65

ES 2 271 469 T3

TABLA 4

Características del pigmento de la patente y el pigmento de referencia

5	Tamaño (μm)	Pigmento de la patente	Pigmento de referencia
	% en masa menor de		
10	10	99,8	99,7
	5	99,7	99,6
	2	97,4	90,0
15	1	82,9	70,9
	0,5	50,6	44,7
20	0,2	18,3	14,2
	Claridad		
	% ISO	89,2	89,2
25	Viscosidad a 71% de sólidos		
	Brookfield a 20 rpm	280 mPa.s	520 mPa.s
30	Hércules	0,033 Newton a 1.100 rpm	0,17 Newton a 725 rpm

Ejemplo 1

35 *Comparación entre el pigmento de la patente y el pigmento de referencia en recubrimientos de papel obtenidos por una vía alcalina*

40 Se usa una formulación de la industria papelera típica, en la que los caolines se mezclan con carbonato cálcico a una relación 50/50. El recubrimiento se lleva a cabo en una planta piloto y el comportamiento reológico de todo el color de recubrimiento es bueno. Los resultados se dan en la tabla 5, una formulación de pigmento caolín 50%/carbonato cálcico 50%.

TABLA 5

Propiedades del papel recubierto. Formulación de pigmento caolín 50%/carbonato cálcico 50%

50	Características	Pigmento de la patente	Pigmento de referencia
	Claridad ISO (%)	82,1	82,0
	Brillo del papel (%)	62,8	60,2
55	Brillo de la impresión (%)	85,5	82,0
	Opacidad (%)	90,7	90,6
60	Suavidad (PPS)	1,30	1,35

65 Se logran los valores con un peso de recubrimiento de papel de 12 g/m² y puede verse que la claridad, brillo del papel, brillo de la impresión y opacidad eran mayores que los valores logrados por el pigmento de referencia. La suavidad es también mayor en el pigmento de la patente (PPS inferior).

ES 2 271 469 T3

Ejemplo 2

Comparación entre el pigmento de la patente y el pigmento de referencia, en aplicaciones de papel obtenidas por vía ácida. En este ejemplo, las formulaciones usan sólo caolín como pigmento. Como en el ejemplo anterior, los recubrimientos se obtuvieron en una planta piloto y el comportamiento reológico del color de recubrimiento es bueno. Los resultados dados en la tabla 6 muestran de nuevo que la claridad, brillo del papel, brillo de la impresión y opacidad obtenidos en el pigmento de la patente son mayores que los valores logrados con el pigmento de referencia. La suavidad está al mismo nivel.

TABLA 6

Propiedades del papel recubierto. Formulación de pigmento caolín 100%

Características	Pigmento de la patente	Pigmento de referencia
Claridad ISO (%)	76,8	76,7
Brillo del papel (%)	63,3	58,2
Brillo de la impresión (%)	80,8	75,7
Opacidad (%)	96,2	96,1
Suavidad (PPS)	1,30	1,30

ES 2 271 469 T3

REIVINDICACIONES

1. Un pigmento caolín de alto rendimiento, que comprende una mezcla de caolín grueso y caolín fino, **caracterizado** porque dicho caolín grueso está compuesto de partículas en forma de placa sencillas grandes con un grado de cristalización alto, con un índice Hinckley superior a 0,6, con una distribución de tamaño en la fracción desarenada de 55% a 75% en masa menor de 2 μm y como mucho 15% en masa menor de 0,2 μm , mientras que

dicho caolín fino está compuesto de pequeñas partículas esféricas con un grado de cristalización bajo, normalmente con un índice de Hinckley menor de 0,5 y con una distribución de tamaño en la fracción desarenada de al menos 75% en masa menor de 2 μm y al menos 30% en masa menor de 0,2 μm .

2. El pigmento caolín de alto rendimiento según la reivindicación 1, modificado porque dicho caolín grueso está dividido en una fracción gruesa, que se desecha, y una fracción fina, que se usa únicamente y que tiene una distribución de tamaño de partículas con al menos 94% en masa menor de 2 μm y como mucho 18% en masa menor de 0,2 μm , y una relación de dimensiones media de cómo mucho 15 en el extremo fino y como mucho 30 en el extremo grueso.

3. El pigmento caolín de alto rendimiento según la reivindicación 1, modificado porque dicho caolín fino está dividido en una fracción gruesa, que se desecha, y una fracción fina, que se usa únicamente y que tiene una distribución de tamaño de partículas con al menos 90% en masa menor de 0,5 μm y al menos 50% en masa menor de 0,2 μm .

4. El pigmento caolín de alto rendimiento según las reivindicaciones 2 ó 3, **caracterizado** por comprender una mezcla de la fracción fina del caolín grueso con la fracción fina del caolín fino en una proporción de 5%-25% en masa de caolín fino en la mezcla.

5. El pigmento caolín de alto rendimiento según la reivindicación 4, **caracterizado** por tener una claridad ISO de al menos 88,5 a 91,0; una distribución de tamaño de partícula con al menos 94% en masa menor de 2 μm y como mucho 25% en masa menor de 0,2 μm ; y una viscosidad Hércules a 1.100 rpm menor de 18 dinas (0,17 Newton) en suspensiones que tengan un contenido en sólidos de 70%-75% sólidos.

6. Una formulación de color de recubrimiento de papel **caracterizada** por estar compuesta del pigmento de caolín de alto rendimiento según se reivindica en una de las reivindicaciones precedentes.

7. Un procedimiento para hacer el pigmento caolín de alto rendimiento según la reivindicación 2, **caracterizado** porque el procesamiento de caolín grueso comprende las etapas de:

a) dispersión de un caolín grueso en bruto con una distribución de tamaño de partícula en la fracción desarenada de 55% a 75% en masa menor de 2 μm , en una suspensión que contiene de 40% a 60% de sólidos usando un agente de dispersión;

b) eliminación de la arena contenida en la fracción mayor de 325 de malla a través de tamices, cajones de arena o hidrociclones;

c) centrifugación del caolín grueso para eliminar la fracción gruesa, dando como resultado una fracción fina que tienen una distribución de tamaño de partículas con al menos 94% en masa menor de 2 μm y como mucho 18% en masa menor de 0,2 μm y una relación de dimensiones media de como mucho 15 en el extremo fino y de como mucho 30 en el extremo grueso;

d) eliminación de las impurezas de la fracción fina de caolín grueso, mediante flotación, separación magnética y/o lixiviación química, en la que dichas etapas de separación magnética y flotación pueden llevarse a cabo antes o después de la centrifugación.

8. Un procedimiento para hacer pigmento caolín de alto rendimiento según la reivindicación 3, **caracterizado** porque el procesamiento de caolín comprende las etapas de:

a) dispersión de un caolín en bruto que tenga una distribución de tamaño de partícula en la fracción desarenada de al menos 75% en masa menor de 2 μm y al menos 30% en masa menor de 0,2 μm , en una suspensión que contenga 40%-60% de sólidos usando un agente de dispersión;

b) eliminación de la arena contenida en la fracción mayor de 325 de malla a través de tamices, cajones de arena o hidrociclones;

c) centrifugación del caolín fino para eliminar la fracción gruesa, dando como resultado una fracción fina que comprenda al menos 90% en masa menor de 0,5 μm y al menos 50% en masa menor de 0,2 μm ;

d) eliminación de las impurezas de la fracción fina de caolín fino, mediante flotación, separación magnética y/o lixiviación química, en la que dichas etapas de separación magnética y flotación pueden llevarse a cabo antes o después de la centrifugación.