

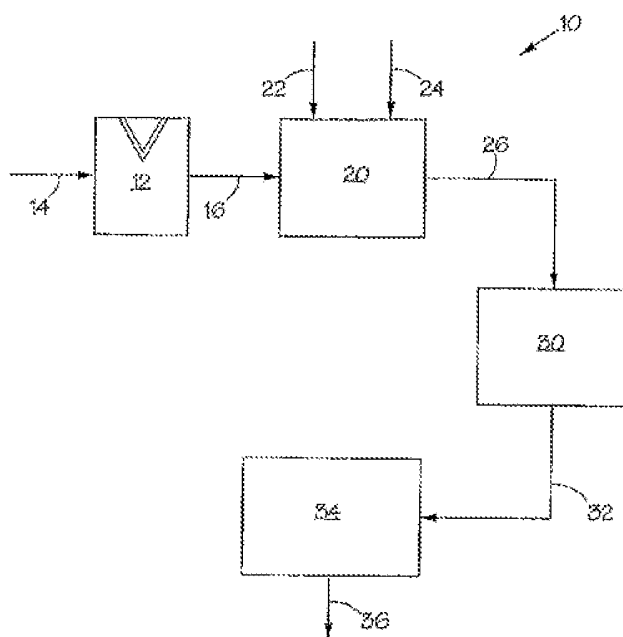
(12) **FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO**

(22) Data de pedido: <b>2005.04.26</b>	(73) Titular(es): <b>THE SOUTH AFRICAN NUCLEAR ENERGY CORPORATION LIMITED</b> <b>PELINDABA 0250 BRITS</b> <b>ZA</b>
(30) Prioridade(s): <b>2004.04.26 ZA 200403164</b>	
(43) Data de publicação do pedido: <b>2007.01.31</b>	
(45) Data e BPI da concessão: <b>2014.12.03</b> <b>047/2015</b>	(72) Inventor(es): <b>ETTIENNE SNYDERS</b> <b>ZA</b>
	(74) Mandatário: <b>ANTÓNIO JOÃO COIMBRA DA CUNHA FERREIRA</b> <b>RUA DAS FLORES, Nº 74, 4º AND 1249-235 LISBOA</b> <b>PT</b>

(54) Epígrafe: **PRODUÇÃO DE PIGMENTOS INORGÂNICOS DE ZIRCÃO DOPADO**

(57) Resumo:

PROCESSO PARA PRODUZIR UM PIGMENTO INORGÂNICO DE ZIRCÃO DOPADO INCLUI A CALCINAÇÃO DE UMA MISTURA DE BASE COMPREENDENDO ZIRCÃO DISSOCIADO POR PLASMA BRUTO, UM CROMÓFORO, E PELO MENOS UM MINERALIZADOR, PARA PRODUZIR UM PIGMENTO BRUTO. O PIGMENTO BRUTO É REFINADO PARA OBTER UM PIGMENTO INORGÂNICO DE ZIRCÃO DOPADO.

RESUMO**"Produção de Pigmentos inorgânicos de zircão dopado"**

Processo para produzir um pigmento inorgânico de zircão dopado inclui a calcinação de uma mistura de base compreendendo zircão dissociado por plasma bruto, um cromóforo, e pelo menos um mineralizador, para produzir um pigmento bruto. O pigmento bruto é refinado para obter um pigmento inorgânico de zircão dopado.

DESCRIÇÃO

**"Produção de Pigmentos inorgânicos de zircão dopado"**

Este invento refere-se à produção de pigmentos inorgânicos de zircão dopado. Refere-se em particular a um processo para produzir um pigmento inorgânico de zircão dopado.

A patente GB 1447276 ensina um processo para a produção de pigmentos inorgânicos de zircão dopado por mistura de areia de zircão dissociado por plasma com um agente de coloração e um mineralizador, e depois cominuição e calcinação da mistura; no entanto, a areia de zircão dissociado por plasma teria sido já moída ou fragmentada.

Em conformidade com um primeiro aspeto do invento, proporciona-se um processo para a produção de um pigmento inorgânico de zircão dopado, processo esse que inclui

a calcinação de uma mistura de base compreendendo zircão dissociado por plasma bruto que não foi submetido a moagem ou tratamento químico, um cromóforo, e pelo menos um mineralizador para produzir pigmentos brutos; e

a refinação do pigmento bruto para obter um pigmento inorgânico de zircão dopado.

Por "zircão dissociado por plasma bruto ou PDZ" entenda-se PDZ que foi obtido diretamente por meio de dissociação por plasma, isto é, sem ter sido efetuado qualquer tratamento deste entre a dissociação por plasma do zircão e a mistura do PDZ resultante com o cromóforo e o mineralizador. O processo caracteriza-se assim por o PDZ bruto não ser submetido a qualquer tratamento químico e/ou moagem antes de ser usado na formação da mistura de base.

O PDZ bruto pode ser obtido criando uma zona de plasma a elevada temperatura, e alimentando zircão particulado,  $ZrSiO_4$ , na zona de plasma, dissociando desse modo o zircão no PDZ bruto. Prefere-se que a criação da zona de plasma seja através de um plasma a arco não transferido, do que através de um plasma a arco transferido. Mais particularmente, a zona de plasma a temperatura elevada pode ser proporcionada através de uma chama de plasma criada por pelo menos uma pistola de plasma a arco não transferido. Pode deixar-se o zircão cair livremente

através da zona de plasma para atingir a dissociação no PDZ bruto, onde depois se pode extinguir o PDZ bruto numa zona de extinção abaixo da zona de plasma. De preferência, podem proporcionar-se três pistolas de plasma a arco não transferido, organizadas em forma de estrela (quando observadas no plano) com as suas extremidades operativas direcionadas para dentro e para baixo, deixando-se depois o zircão cair livremente ao centro através da zona de plasma combinada resultante.

O processo para tratar o zircão para produzir o PDZ bruto pode assim estar em conformidade com o pedido de patente WO 96/26159, que é portanto aqui incorporado pela sua referência.

Para além disso, o tratamento do zircão para produzir o PDZ bruto pode constituir parte do processo do presente invento.

O cromóforo ou agente determinante da cor, quando se deseja obter um pigmento amarelo, pode ser o molibdato de sódio ou pode ser à base de praseodímio, por exemplo óxido, carbonato ou oxalato de praseodímio; quando se pretende obter um pigmento azul, pode ser à base de vanádio, por exemplo meta-vanadato de amónio ou pentóxido de vanádio; quando se deseja obter um pigmento cor-de-rosa, pode ser à base de ferro, por exemplo pode ser óxido de ferro ou sulfato de ferro.

Durante a calcinação da mistura de base, o cromóforo, ou um composto transiente ou um ião derivado desse, fica aprisionado no interior e/ou em torno da rede de zircão, formando assim o pigmento com a cor desejada.

Os mineralizadores, cuja função é reduzir a temperatura à qual a reação do cromóforo com a rede de zircão, isto é a reação de calcinação, ocorre, ou catalisar a reação de calcinação, pode ser um halogeneto de metal alcalino, em particular um fluoreto de metal alcalino, qualquer outro mineralizador alcalino tal como  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  ou  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , ou uma combinação de dois ou mais desses.

O processo pode incluir a formação da mistura de base por mistura do PDZ bruto, do cromóforo e do mineralizador. O PDZ bruto, o cromóforo e o mineralizador são, de preferência, suficientemente misturados para que a mistura de base seja uma mistura homogénea.

Em conformidade com um segundo aspeto do invento, proporciona-se um processo para produzir um pigmento inorgânico de zircão dopado, processo esse que inclui

a criação de uma zona de plasma a elevada temperatura;

a alimentação de zircão em partículas na zona de plasma, para dissociar assim o zircão em zircão dissociado por plasma bruto;

sem submissão do zircão dissociado por plasma bruto a qualquer tratamento químico ou moagem, formação de uma mistura de base compreendendo o zircão dissociado por plasma bruto, um cromóforo, e pelo menos um mineralizador;

a calcinação da mistura de base para produzir um pigmento bruto; e

a refinação do pigmento bruto para obter um pigmento inorgânico de zircão dopado.

A calcinação da mistura de base pode ser efetuada num forno de ar. A temperatura de calcinação pode ser de 800°C a 1300°C.

A refinação do pigmento bruto pode incluir a lavagem, a cominuição e a secagem do mesmo, para obter o pigmento inorgânico de zircão dopado refinado.

O invento será agora descrito de forma mais detalhada com referência a esquemas diagramáticos anexos que representam um fluxograma simplificado de um processo de acordo com o invento para a produção de um pigmento inorgânico de zircão dopado, e com referência aos subseqüentes exemplos não limitantes.

Nos esquemas, o numeral de referência 10 indica geralmente um processo de acordo com o invento para a produção de um pigmento inorgânico de zircão dopado.

O processo 10 inclui um reator de plasma ou plasmatron 12 que se encontra em conformidade com o pedido WO 96/26159 (aqui incorporado pela sua referência) e compreende três pistolas de plasma a arco não transferido, dispostas num padrão em estrela (quando observadas no plano) com as suas extremidades operacionais dirigidas para dentro e para baixo. Enquanto utilizadas, as pistolas geram uma zona central de plasma a elevada temperatura que se encontra a uma temperatura de pelo menos 1800°C. Dispõe-se uma conduta de alimentação de zircão para que o zircão possa cair livremente ao centro através da

zona de plasma, para que assim seja dissociado no PDZ bruto. Abaixo da zona de plasma proporciona-se uma zona de extinção, na qual o PDZ bruto é rapidamente arrefecido até uma temperatura inferior a 500°C.

Uma linha de alimentação de zircão 14 conduz ao reator de plasma 12, ao passo que uma linha de saída de PDZ bruto 16 sai do reator 12.

A linha 16 conduz ao misturador 20, com uma linha de adição de mineralizador 22, assim como uma linha de adição de cromóforo 24, a conduzirem ao misturador. No misturador, o PDZ bruto, os mineralizadores e um cromóforo são misturados numa mistura de base homogénea.

A linha de saída da mistura de base 26 conduz do misturador 20 para um forno de calcinação 30. O forno de calcinação 30 é tipicamente um forno de ar. No forno, a mistura de base é calcinada a uma temperatura de 800°C a 1300°C, de modo a causar o aprisionamento do cromóforo no interior ou em torno da rede do cristal de zircão.

Uma linha de pigmento bruto 32 conduz desde o forno de calcinação 30 até à fase de refinação 34 onde o pigmento bruto é submetido a lavagem, cominuição e secagem.

Uma linha de saída de pigmento inorgânico de zircão dopado 36 conduz desde a fase 34.

Nos exemplos apresentados mais à frente neste documento, usou-se como matéria-prima o PDZ bruto produzido pela dissociação da areia de zircão no plasmatron 12 a arco não-transferido com uma taxa de conversão média de 90% e com um tamanho de partículas médio de 108  $\mu\text{m}$  ( $d_{50}$ , determinado por um analisador de tamanho de partícula Sedigraph 5100). Nos exemplos, utilizaram-se duas amostras deste PDZ bruto, em conformidade com o invento, usadas diretamente como material de alimentação ao forno de calcinação 30 sem tratamento químico e/ou moagem, para produzir pigmentos azul-V e amarelo-Pr usando como cromóforos respetivamente o pentóxido de vanádio ( $\text{V}_2\text{O}_5$ ) e o óxido de praseodímio ( $\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ ).

Para cada uma destas cores, moeram-se três amostras de controlo do mesmo PDZ de 108  $\mu\text{m}$  até tamanhos de partícula diferentes através de um processo de moagem húmida num MMS Series RAPID MILL com um moinho de porcelana de 300 cc usando

meio de moagem de zirconia estabilizada com ítrio por aplicação do seguinte método: Para os pigmentos de amarelo-Pr, moeu-se as três amostras de controlo de PDZ até um  $d_{50}$  de 3,5  $\mu\text{m}$ , 6,0  $\mu\text{m}$  e 8,2  $\mu\text{m}$ , respetivamente (ver Quadro 1) conforme determinado por um analisador de tamanho de partículas Sedigraph 5100. Para os pigmentos de azul-V, moeu-se as três amostras de controlo de PDZ até 3,5  $\mu\text{m}$ , 6,0  $\mu\text{m}$  e 8,9  $\mu\text{m}$ , respetivamente (ver Quadro 2).

Misturaram-se as amostras de PDZ com o cromóforo necessário ( $\text{Pr}_6\text{O}_{11}$  para os pigmentos amarelos e  $\text{V}_2\text{O}_5$  para os pigmentos azuis) e os mineralizadores, conforme especificado nos exemplos, num misturador de tambor em cone Y e depois calcinou-se à temperatura especificada, para produzir pigmentos. Após a calcinação, lavaram-se os pigmentos em ácido clorídrico aquoso (HCl) em ebulição para remover qualquer excesso de mineralizador e de cromóforo, ou seja, o cromóforo que não ficou incorporado na rede cristalina de zircão. Os pigmentos das amostras de PDZ não moídas (isto é, em conformidade com o invento) foram então submetidas a cominuição ou desaglomeradas até um  $d_{50}$  entre 8 - 9  $\mu\text{m}$  para o pigmento azul, e entre 6 - 7  $\mu\text{m}$  para o pigmento amarelo, tornando-os adequados para aplicações em mosaicos de cerâmica. Preparou-se uma mistura de pigmento/esmalte, aplicou-se num mosaico de bisque Johnson com uma pistola de pulverização e queimou-se num forno de mufla a 1080°C com um tempo de calagem de 5 minutos, após o que se efetuaram medições de cor com um instrumento medidor de cor Hunterlab.

Para referenciar a qualidade do produto em cada exemplo, usaram-se tintas disponíveis comercialmente como padrões, viz ST 4032 para o pigmento amarelo e ST 3042 para o pigmento azul. Estes foram obtidos de Ferro Industrial Products (Pty) Ltd em Vulcania, Brakpan, Africa do Sul.

### **EXEMPLO 1**

#### **Pigmento de zircão dopado de amarelo praseodímio**

Misturou-se uma quantidade de 1,0 mole de PDZ não tratado, não moído, com 0,014 moles de  $\text{Pr}_6\text{O}_{11}$ , 0,2 moles de NaF e 0,2 moles de  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  para assegurar uma mistura minuciosa ou homogénea do óxido de metal indutor ou determinante da cor, dos mineralizadores e do PDZ. Calcinou-se então a mistura num

forno de ar a uma temperatura de 1050°C e durante um tempo de calagem de 2 horas após ter sido atingida a temperatura requerida de 1050°C, para permitir que a reação do óxido de praseodímio e dos mineralizadores com o zircão dissociado ocorresse. Depois, lavou-se o pigmento amarelo bruto resultante e submeteu-se a cominuição até um  $d_{50}$  entre 6 - 7  $\mu\text{m}$  medido com um analisador de tamanho de partícula Sedigraph 5100. Para as amostras de controlo, misturaram-se quantidades iguais do PDZ tratado, moído, calcinaram-se e trataram-se posteriormente como nas amostras não moídas, com exceção para o passo de cominuição que não se realizou.

Os resultados das medições de cor em conformidade com a técnica de medição de Hunterlab tanto das amostras de pigmento do invento como de controlo encontram-se no Quadro 1. A partir desses resultados, pode observar-se claramente a vantagem da utilização de PDZ não moído do presente invento quando comparado ao PDZ moído e tratado quimicamente antes da calcinação.

No Quadro 1, os valores  $b$  (positivo indica amarelo no mosaico) para as três amostras de controlo variam de 37,1 (para a amostra de PDZ de 3,5  $\mu\text{m}$ ) a 58,8 (para a amostra de PDZ de 8,2  $\mu\text{m}$ ). Para o PDZ não tratado, não moído, em conformidade com o invento,  $b = 75,8$ . Não esquecendo que quanto maior é o valor  $b$ , mais profundo será o amarelo que aparece no mosaico, um aumento de 17,0 em  $b$  para o pigmento que usa o PDZ não moído em comparação com o pigmento da melhor amostra de controlo obtido a partir de PDZ de 8,2  $\mu\text{m}$  é significativo. Para além disso, este valor de 75,8 compara muito favoravelmente ao 79,1 do pigmento amarelo padrão.

O valor  $L$ , que indica a intensidade da cor do mosaico numa escala de 100 para claro (branco) e 0 para escuro (preto), de 78,6 para o PDZ não moído antes da calcinação compara-se muito favoravelmente ao 78,7 do padrão, ao passo que todos os controlos são comparativamente mais claros.

**Quadro 1**

Exemplo 1: Produção de Pigmento amarelo-Pr a partir de PDZ não moído.

<b>Amostras</b>	<b>Tamanho de partícula médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>L</b>	<b>a</b>	<b>b</b>	<b>DE*</b>
		<b>L=100; branco</b> <b>L=0; preto</b>	<b>a+: vermelho</b> <b>a-: verde</b>	<b>b+: amarelo</b> <b>b-: azul</b>	
<b>Controlos</b>	3,5	82,9	-2,3	37,1	42,3
PDZ moído antes da calcinação	6,0	81,6	-1,7	56,9	22,6
	8,2	80,4	-1,3	58,8	20,4
<b>Invento</b>					
PDZ não moído	120	78,6	1,8	75,8	3,3
<b>Padrão</b>	4,5	78,7	1,3	79,1	-

O parâmetro de desvio DE\*, que indica o desvio da tonalidade e intensidade da cor relativamente ao padrão e que é composto pelos parâmetros de cor primária em conformidade com o protocolo de Hunterlab, é um parâmetro sensível para determinar desvios relativamente ao padrão e que em condições de linha de produção típicas não deve idealmente exceder 1,0. DE\* diminuiu significativamente de 20,4 para a melhor amostra de controlo para o 3,3 da amostra de PDZ não moído antes da calcinação, o que claramente enfatiza a vantagem da utilização de PDZ não moído, não tratado, em conformidade com o presente invento.

**EXEMPLO 2****Pigmento de zircão dopado de azul de vanádio**

Utilizaram-se as mesmas condições de preparação e de produção do Exemplo 1. No entanto, misturou-se uma quantidade de 1,0 mole de PDZ não tratado, não moído, com 0,045 moles de  $\text{V}_2\text{O}_5$ , 0,2 moles de NaF e 1,0 mole de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ . Calcinou-se então a mistura num forno de ar a uma temperatura de 950°C e durante um tempo de calagem de 1 hora após ter sido atingida a temperatura requerida de 950°C, para permitir que a reação do

V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e dos mineralizadores com o zircão dissociado ocorresse. De forma semelhante ao Exemplo 1, lavou-se o pigmento azul bruto resultante e submeteu-se a cominuição até um d<sub>50</sub> entre 8 - 9 µm medido com um analisador de tamanho de partícula *Sedigraph* 5100. Para as amostras de controlo, misturaram-se as mesmas quantidades de PDZ tratado, moído, calcinaram-se e trataram-se posteriormente como na amostra não moída, com exceção para o passo de cominuição que não se realizou.

Os resultados das medições de cor para os pigmentos azul-V encontram-se no Quadro 2.

### Quadro 2

Exemplo 2: Produção de Pigmento azul-V a partir de PDZ não moído.

<b>Amostras</b>	<b>Tamanho de partícula médio (µm)</b>	<b>L</b>	<b>a</b>	<b>b</b>	<b>DE*</b>
		<b>L=100; branco</b> <b>L=0; preto</b>	<b>a+:</b> <b>vermelho</b> <b>a-:</b> <b>verde</b>	<b>b+:</b> <b>amarelo</b> <b>b-:</b> <b>azul</b>	
<b>Controlos</b>	3,5	67,8	-17,1	-6,9	22,4
PDZ moído antes da calcinação	6,0	67,3	-16,9	-3,8	23,8
	8,9	63,2	-17,9	-3,6	20,4
<b>Invento</b>	120	53,8	-19,9	-13,5	6,8
<b>Padrão</b>	8,5	48,9	-21,8	-17,7	-

Nos resultados das medições colorimétricas de Hunterlab, pode mais uma vez observar-se claramente a substancial vantagem da utilização de PDZ nas condições de não moído e não tratado antes do processo de calcinação quando comparado ao PDZ moído e tratado. Quanto mais negativo é o valor b, mais azul parece ser a cor do pigmento após aplicação no mosaico de cerâmica. Entre os controlos, b varia de -6,9 a -3,6 quando comparados ao -13,5 do pigmento produzido em conformidade com o invento, uma melhoria de -6,6 relativamente ao melhor controlo (Quadro 2). O facto de o valor de -13,5 ser ainda inferior a -17,7 do

pigmento azul-V padrão pode dever-se ao facto de se ter usado o PDZ com uma taxa de conversão de apenas 90%.

Em termos de valores L não só se observou um crescimento de 4,6 de 63,2 para 67,8 entre as diferentes amostras de controlo, como também o melhor (a amostra de 8,9  $\mu\text{m}$ ) encontra-se ainda 14,3 afastada da marca relativa ao padrão. Contrariamente registou-se um melhoramento de 9,4 para o pigmento de PDZ não moído em comparação ao melhor controlo, embora se encontre apenas 4,9 afastado da marca em relação ao padrão.

Ao observar o desvio em relação ao padrão em termos de DE\* todos os controlos sofreram desvios significativos, embora o desvio de 6,8 do PDZ não moído represente um deslocamento mais aceitável no sentido do padrão de cor tendo em conta a taxa de conversão de 90% para o PDZ usado.

Concluindo, os resultados para os Exemplos 1 e 2 sugerem que o zircão dissociado por plasma não moído com um tamanho de partícula médio de 103  $\mu\text{m}$  produz um pigmento muito próximo do padrão em particular no que diz respeito aos valores de b e L.

### **EXEMPLO 3**

#### **Efeito da Taxa de Conversão de PDZ na cor do Pigmento**

Neste exemplo determinou-se a influência da taxa de conversão do PDZ na cor dos pigmentos azul-V e amarelo-Pr. Utilizaram-se amostras de PDZ produzidas respetivamente a taxas de conversão de 95,7%, 90,0%, 82,4% e 74,7%, para produzir uma série de pigmentos amarelo-Pr (Quadro 3) e azul-V (Quadro 4) de cada. Utilizaram-se as mesmas condições de preparação e de produção e as mesmas quantidades de matérias-primas, usadas nos Exemplos 1 e 2.

No Quadro 3 os resultados de medições colorimétricas dos pigmentos amarelo-Pr mostram que o valor b melhora de 65,6 para o PDZ com uma taxa de conversão de 74,7% para 82,3 para o PDZ com uma taxa de conversão de 95,7%. Isso indica claramente que quanto maior é a taxa de conversão de PDZ, mais amarela se torna a cor do pigmento. Além disso,  $b = 82,3$  para o PDZ com uma taxa de conversão de 95,7% ainda supera o do padrão de amarelo-Pr, um facto apoiado pela sua intensidade de cor ( $L = 77,3$ ), indicando que este pigmento amarelo apresenta

uma tonalidade mais intensa. Neste contexto, o afastamento ( $DE^* = 4,9$ ) do padrão deve ser interpretado como um desvio benéfico.

No Quadro 4 apresenta-se a influência da taxa de conversão do PDZ na cor dos pigmentos azul-V. Aqui o  $b$  aumenta de  $-7,8$  para o PDZ com uma taxa de conversão de  $74,7\%$  para  $-17,9$  para o PDZ com uma taxa de conversão de  $95,7\%$ , originando uma melhoria de  $10,1$ . Mais uma vez,  $b = -17,9$  para o PDZ com a maior taxa de conversão iguala ou supera o do padrão de azul-V.

Deste modo, verificou-se que a taxa de conversão de PDZ é o parâmetro mais importante que influencia a cor dos pigmentos amarelos e azuis. As taxas de conversão mais elevadas resultam, de modo consistente, em pigmentos azuis e amarelos mais intensos, respetivamente, comparáveis muito favoravelmente com os padrões de pigmento. Aparentemente, uma taxa de conversão de PDZ mais elevada implica que exista menos zircão não convertido, o que reduz a suscetibilidade da coloração do zircão.

### Quadro 3

Exemplo 3: Efeito na cor da taxa de conversão do PDZ no amarelo-Pr.

<b>Amostras</b>	<b>Taxa de conversão de PDZ (%)</b>	<b>L</b>	<b>a</b>	<b>b</b>	<b>DE*</b>
		L=100; <i>branco</i> L=0; <i>preto</i>	a+: <i>vermelho</i> a-: <i>verde</i>	b+: <i>amarelo</i> b-: <i>azul</i>	
<b>Padrão</b>	-	78,7	1,3	79,1	-
<b>Invento</b> PDZ não moído	95,7	77,3	4,8	82,3	4,9
	90,0	78,8	1,6	71,6	7,6
	82,4	79,6	0,6	68,3	10,8
	74,7	79,3	0,03	65,6	13,5

**Quadro 4**

Exemplo 3: Efeito na cor da taxa de conversão do PDZ no azul-V.

<b>Amostras</b>	<b>Taxa de conversão de PDZ (%)</b>	<b>L</b>	<b>a</b>	<b>b</b>	DE*
		L=100; <i>branco</i> L=0; <i>preto</i>	a+: <i>vermelho</i> a-: <i>verde</i>	b+: <i>amarelo</i> b-: <i>azul</i>	
<b>Padrão</b>	-	49,0	-21,9	-17,3	-
<b>Invento</b> PDZ não moído	95,7	50,7	-20,3	-17,9	2,4
	90,0	53,7	-19,9	-13,4	6,4
	82,4	55,0	-18,9	-11,5	8,9
	74,7	57,3	-18,2	-7,8	13,2

O requerente verificou assim, surpreendentemente que é possível produzir pigmentos inorgânicos à base de zircão diretamente a partir de PDZ, sem primeiro tratar o PDZ moendo-o e tratando-o quimicamente. Essas etapas morosas e onerosas podem portanto ser eliminadas.

A utilização de pigmentos inorgânicos à base de zircão (conhecidos também por tintas) em particular, mas não unicamente, na coloração de artigos cerâmicos, por exemplo mosaicos cerâmicos, está bem delineada.

O presente invento proporciona assim um processo pelo qual esses pigmentos podem ser produzidos mais rapidamente e com maior eficácia de custo do que tem sido até agora.

Lisboa, 2015-03-02

REIVINDICAÇÕES

**1.** Processo para produzir um pigmento inorgânico de zircão dopado, processo esse que inclui

a calcinação de uma mistura de base compreendendo zircão dissociado por plasma bruto que não foi submetido a moagem ou tratamento químico, um cromóforo, e pelo menos um mineralizador, para produzir um pigmento bruto; e

a refinação do pigmento bruto para obter um pigmento inorgânico de zircão dopado.

**2.** Processo de acordo com a reivindicação 1, que inclui a formação de uma mistura de base por mistura de zircão dissociado por plasma ou PDZ, cromóforo e mineralizador.

**3.** Processo de acordo com a reivindicação 2, em que o PDZ bruto, o cromóforo e o mineralizador são suficientemente misturados para que a mistura de base seja uma mistura homogênea.

**4.** Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3 inclusive, em que o cromóforo ou agente determinante da cor é selecionado do grupo que compreende molibdato de sódio; óxido, carbonato ou oxalato de praseodímio; meta-vanadato de amónio; pentóxido de vanádio; óxido de ferro e sulfato de ferro.

**5.** Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4 inclusive, em que o mineralizador é um fluoreto de metal alcalino,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  ou  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , ou uma combinação de dois ou mais desses.

**6.** Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5 inclusive, em que a calcinação da mistura de base é efetuada num forno de ar.

**7.** Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6 inclusive, em que a temperatura de calcinação é de 800°C a 1300°C.

**8.** Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7 inclusive, em que a refinação do pigmento bruto inclui a sua lavagem, cominuição e secagem, para obter o pigmento inorgânico de zircão dopado.

**9.** Processo para produzir um pigmento inorgânico de zircão dopado de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, em que o processo inclui ainda:

a criação de uma zona de plasma a temperatura elevada;

a alimentação do zircão particulado para a zona de plasma para dissociar o zircão em zircão dissociado por plasma bruto; e

sem submeter o zircão dissociado por plasma bruto a qualquer moagem ou a qualquer tratamento químico, a formação de uma mistura de base que contém o zircão dissociado por plasma bruto, um cromóforo, e pelo menos um mineralizador.

Lisboa, 2015-03-02

