

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 534 601**

51 Int. Cl.:

C01F 11/18 (2006.01)

C09C 1/02 (2006.01)

B82Y 30/00 (2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.07.2005 E 05763248 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.02.2015 EP 1781570**

54 Título: **Método y aparato para fabricar un producto de carbonato de calcio**

30 Prioridad:

13.07.2004 FI 20040976

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

24.04.2015

73 Titular/es:

**FP-PIGMENTS OY (100.0%)
AHVENTIE 4 A 21-22
02170 ESPOO, FI**

72 Inventor/es:

**MAIJALA, MIKKO;
MAIJALA, ROOPE;
LAX, BJÖRN;
TOLONEN, JARMO y
TJURIN, TEUVO**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 534 601 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

Método y aparato para fabricar un producto de carbonato de calcio

La presente invención se refiere a un método y aparato para producir un producto de carbonato de calcio formado por pequeñas partículas de carbonato de calcio. La presente invención se refiere en particular a un método y aparato para producir carbonato de calcio precipitado, en el cual se aporta hidróxido de calcio como pequeñas gotas y/o partículas en un gas que contiene dióxido de carbono y que está dentro de un reactor de precipitación.

Tecnología conocida

El carbonato de calcio se produce típicamente a partir de un lodo de hidróxido de calcio por precipitación mediante el uso de dióxido de carbono. Tradicionalmente, en la producción se utiliza un procedimiento por lotes, procedimiento en el cual se aporta gas de dióxido de carbono en forma de finas burbujas, al lodo de hidróxido de calcio hasta que se alcanza un nivel de carbonatación adecuado. Por lo tanto, el contenido de materia seca del lodo de hidróxido de calcio no debe ser demasiado alto, para que las burbujas de gas puedan penetrar en el lodo. Por ejemplo, la publicación de patente de EE.UU. US 4,927,618 sugiere que se utilice lodo de hidróxido de calcio con un contenido de materia seca de 7,68%. Este método de producción requiere un largo tiempo para la carbonatación; en el primer ejemplo de la patente de EE.UU. se menciona que la carbonatación requiere 31 minutos.

Por otra parte, también se ha sugerido con anterioridad que se precipite carbonato de calcio en aparatos de funcionamiento continuo. Por ejemplo, en la publicación de patente de EE.UU. US 4,133,894 se sugiere que se precipite carbonato de calcio en tres altas columnas secuenciales, en las cuales, utilizando chorros de rociado, se rocía desde la parte superior de la columna lodo de hidróxido de calcio, con un tamaño de gota de 1-2 mm, en gas de dióxido de carbono que fluye hacia arriba desde la parte inferior de la columna. El carbonato de calcio producido se recoge de la parte inferior de la tercera columna en forma de finas partículas de tamaño < 100 nm. En este caso, el lodo de hidróxido de calcio también debe estar muy diluido, es decir, su contenido de materia seca debe ser bajo, aproximadamente 0,1 - 10%. En la primera columna, sólo se carbonatará 5 - 15% del hidróxido de calcio. La mayor parte se carbonatará en la segunda columna.

En muchas aplicaciones de carbonato de calcio precipitado (PCC, por sus siglas en inglés) resultaría ventajoso poder utilizar partículas de carbonato de calcio muy pequeñas, < 100 nm de tamaño, que fueran de calidad uniforme y tamaño casi uniforme. Se necesitan estos tipos de aplicaciones, por ejemplo, en las industrias farmacéutica, cosmética y alimentaria. Las industrias de pinturas, plásticos, caucho, pigmentos y papel, con inclusión de la industria tecno-química, también emplean este tipo de producto de carbonato de calcio.

El documento WO 98/41475 describe un procedimiento y un aparato para preparar carbonato de calcio precipitado. El documento describe un aparato que comprende molinos secuenciales de pásas para uso en la carbonatación de hidróxido de calcio. Se aportan juntos hidróxido de calcio y dióxido de carbono a través de los molinos secuenciales de pásas. Así, la carbonatación tiene lugar en los molinos de pásas. En este documento, no existe espacio gaseoso que contenga dióxido de carbono (reactor de precipitación) fuera de los molinos de pásas a los cuales se aporta hidróxido de calcio en forma de gotas o partículas. El tiempo de residencia del material es muy corto en el aparato de desintegración y rociado, típicamente menos de un segundo. Por tanto, debido a la ausencia de un reactor de precipitación, la reacción de carbonatación no tiene suficiente tiempo para completarse. El documento tampoco dice nada acerca de dispositivos de enfriamiento para mantener una temperatura reducida en la precipitación.

Propósito de la invención

El propósito de la presente invención es presentar un método y aparato mejorados para producir un producto de carbonato de calcio formado en su mayoría por partículas de carbonato de calcio sueltas, estables y muy pequeñas, de tamaño < 100 nm.

El propósito es, por lo tanto, presentar también un método y aparato mejorados para producir un producto de carbonato de calcio con una gran superficie específica.

El propósito es, además, presentar un método y aparato que precipiten rápidamente partículas de carbonato de calcio a partir de hidróxido de calcio, y que sean menos dependiente que métodos anteriores del tamaño de partícula y/o contenido de materia seca del producto de hidróxido de calcio utilizado.

El propósito es por lo tanto presentar también un método y aparato que hagan posible mantener una temperatura de reacción que sea más baja de lo normal durante la etapa de carbonatación, es decir, durante la precipitación de carbonato de calcio.

El propósito es, además, presentar un método y aparato de funcionamiento continuo que permitan la aportación y uso simultáneos de diversos aditivos en la producción de carbonato de calcio.

El propósito es, aún más, presentar un método y aparato con los cuales sea fácil lograr carbonatación completa o casi completa de una sustancia mineral, típicamente hidróxido de calcio.

La invención

Para lograr los objetivos presentados en lo que antecede, un método y un aparato según la invención se caracterizan en lo que se presenta en las partes caracterizantes de las reivindicaciones independientes presentadas más adelante en esta solicitud de patente.

- 5 La presente invención se refiere a un método y aparato para producir carbonato de calcio precipitado con un tamaño de partícula pequeño, típicamente < 100 nm, y por lo tanto con una gran superficie específica, en un procedimiento de funcionamiento continuo. Las partículas de carbonato de calcio del producto son en su mayoría sueltas, estables, homogéneas y de tamaño uniforme.

El método comprende típicamente

- 10 - la aportación continua de hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) en forma de finas gotas y/o partículas a un gas que contiene dióxido de carbono y que está dentro de un reactor de precipitación, para carbonatar el hidróxido de calcio, es decir, para producir en el reactor de precipitación carbonato de calcio (CaCO_3) precipitado.

- 15 En una solución según la invención, se pueden utilizar hidróxido de calcio u otras fuentes adecuadas de iones Ca^{++} como una sustancia mineral reactiva, a partir de la cual se forma carbonato de calcio mediante el empleo de dióxido de carbono. Típicamente, en una solución según la invención se aporta hidróxido de calcio al reactor de precipitación en forma de un lodo de hidróxido de calcio, es decir, en forma de hidróxido de calcio dispersado en agua, tal como lechada de cal, pero también puede ser aportado en forma de una solución de hidróxido de calcio. El material es aportado ventajosamente al reactor a través un aparato de desintegración y rociado situado en el reactor o asociado al mismo.

- 20 El aparato de desintegración y rociado es típicamente una denominada mezcladora de impacto, mediante la cual se forman gotas y/o partículas muy finas a partir del lodo o solución de hidróxido de calcio. La mezcladora de impacto funciona típicamente de manera simultánea como un reactor de precipitación, o bien como una parte del reactor de precipitación; por lo tanto, también es posible poner ventajosamente en contacto hidróxido de calcio con dióxido de carbono para iniciar reacciones de carbonatación en este reactor. Utilizando la mezcladora de impacto, que funciona según el principio de un molino de púas, también es posible mezclar en el gas de dióxido de carbono lodo de hidróxido de calcio con un alto contenido de materia seca.

El aparato de desintegración y rociado está típicamente montado en la sección superior del reactor de precipitación, pero también puede estar montado en otra ubicación del conjunto de reactor de precipitación que sea adecuada para la aportación de hidróxido de calcio.

- 30 Además del lodo de hidróxido de calcio, se aporta continuamente al reactor de precipitación un gas que contiene dióxido de carbono que produce la precipitación, y que puede ser dióxido de carbono puro o casi puro, o bien gas de combustión u otro gas adecuado que contenga CO_2 . El gas puede ser aportado directamente al reactor de precipitación desde su sección inferior, desde los lados o desde la parte superior utilizando un aparato separado para aportar gas. El gas que contiene dióxido de carbono se aporta ventajosamente al reactor de precipitación a través de la parte superior de forma simultánea con el hidróxido de calcio. El gas que contiene dióxido de carbono se puede aportar al reactor de precipitación a través del aparato desintegración y rociado, en cuyo caso las reacciones de carbonatación comenzarán ya en ese aparato. Sin embargo, si se desea, se puede aportar gas de dióxido de carbono utilizando otro aparato de aportación de gas adecuado, y en alguna otra ubicación en el reactor de precipitación. Para mantener el balance de materiales en el reactor de precipitación, también se elimina continuamente del reactor el material que contiene carbonato de calcio.

- 45 Se ha determinado ahora que, para producir las pequeñas partículas deseadas, típicamente de tamaño < 100 nm, o bien las partículas de carbonato de calcio sueltas con la gran superficie específica deseada, resulta ventajoso disponer que la precipitación tenga lugar a una temperatura de reacción reducida, por debajo de 65°C , típicamente a $10 - 65^\circ\text{C}$, más típicamente a $30 - 65^\circ\text{C}$, lo más típicamente a $< 40^\circ\text{C}$. La temperatura en el reactor de precipitación se puede mantener en el nivel reducido deseado de varias maneras distintas.

En un método y aparato típicos según la invención, se mantiene mediante enfriamiento una baja temperatura en el reactor de precipitación. Existen varios métodos de enfriamiento que se pueden utilizar por separado, o bien varios métodos simultáneamente. Así, la temperatura en el reactor de precipitación se puede reducir

- aportando al menos algo del hidróxido de calcio al reactor de precipitación a una temperatura reducida,
- 50 - aportando al menos algo del dióxido de carbono al reactor de precipitación a una temperatura reducida, incluso en forma de hielo seco,
- por medio de elementos de enfriamiento instalados en el reactor de precipitación, tales como una camisa de enfriamiento instalada en el reactor de precipitación
- haciendo circular el material que contiene carbonato de calcio, y/o el gas que contiene dióxido de carbono,

desde el reactor de precipitación a un enfriador equipado con un intercambiador de calor y, a continuación, hacerlo circular de vuelta al reactor de precipitación desde el enfriador y/o

- dirigir el material que contiene carbonato de calcio, y/o el gas que contiene dióxido de carbono, desde el primer reactor de precipitación a través de un enfriador al segundo reactor de precipitación.

5 El material de carbonato de calcio hecho circular en el enfriador desde el reactor de precipitación puede ser devuelto al mismo reactor de precipitación, o bien al siguiente reactor de precipitación, a través del aparato de desintegración y rociado situado en el mismo.

10 Se ha determinado ahora que, mediante la regulación de la temperatura del hidróxido de calcio aportado al reactor de precipitación, es posible influir esencialmente en el tamaño de partícula del producto de carbonato de calcio que se forma. Cuanto menor sea la temperatura del hidróxido de calcio aportado, más pequeñas son las partículas que se producen. Si se desea un pequeño tamaño de partícula, resulta ventajoso aportar al reactor de precipitación al menos algo del hidróxido de calcio, ventajosamente la mayoría del mismo, a la temperatura de < 30°C, típicamente 5 - 30°C, ventajosamente 10 - 20°C, lo más típicamente < 17°C. Cuando se consideran aspectos técnico-económicos, generalmente no es posible utilizar temperaturas iniciales muy bajas. Además, cuando se enfría un lodo de hidróxido de calcio durante reacciones de carbonatación, es posible obtener partículas de carbonato de calcio aún más pequeñas.

15 Empleando una solución según la invención, es posible producir un producto de carbonato de calcio en el cual el tamaño de las partículas de carbonato de calcio, d_{50} , es < 100 nm, típicamente < 70 nm, ventajosamente < 40 nm. La superficie específica del producto de carbonato de calcio, que consiste en partículas de carbonato de calcio en su mayoría sueltas, es > 20 m²/g, típicamente > 40 m²/g, ventajosamente > 60 m²/g.

20 De manera ventajosa, se aporta directamente hidróxido de calcio al reactor de precipitación, o bien a través del aparato de desintegración y rociado montado en el reactor. En el aparato de desintegración y rociado, que funciona ventajosamente según el principio de un molino de púas (es decir, o bien es una denominada mezcladora de impacto o una mezcladora de flujo continuo), el material que se ha de aportar al reactor de precipitación es el objetivo de fuertes impactos o impactos dobles de rotores de alta velocidad equipados con púas, palas o elementos correspondientes, que desintegran y rocían de manera muy eficiente el material que se desplaza a través del aparato. La diferencia de velocidad de los anillos de los rotores adyacentes o rotores y estatores adyacentes es de 5 - 400 m/s, típicamente 5 - 200 m/s.

25 El tiempo de residencia del hidróxido de calcio, u otra fuente de iones Ca⁺⁺ que se aporta al reactor de precipitación, dentro del aparato de desintegración y rociado, que funciona según el principio de un molino de púas, es < 10 segundos, típicamente < 2 segundos y lo más típicamente < 1 segundo.

30 El tiempo de carbonatación real, es decir, el tiempo durante el cual el hidróxido de calcio está en contacto efectivo con el gas de dióxido de carbono en forma de una neblina y/o gotas, es muy corto en cada reactor de precipitación según la invención, generalmente < 1 minuto, típicamente < 30 segundos y lo más típicamente < 10 segundos. El tiempo de carbonatación real total es consecuentemente mayor si existen varios reactores secuenciales de precipitación, o bien si se hace circular el material varias veces a través del mismo reactor de precipitación. La eficiente y rápida desintegración y rociado del lodo o solución de hidróxido de calcio, y la rápida mezcla de la neblina en el gas de dióxido de carbono, permite un tiempo de carbonatación real muy corto, y por lo tanto un tiempo de producción muy corto para el producto de carbonato de calcio.

35 Un método y aparato según la invención pueden comprender carbonatación en varios pasos, es decir, un procedimiento de precipitación en el cual

- en la primera fase del procedimiento, típicamente la fase principal, se precipita carbonato de calcio a partir de hidróxido de calcio en el primer reactor de precipitación;
- el carbonato de calcio precipitado en el primer reactor de precipitación, y el hidróxido de calcio restante, son dirigidos al segundo reactor de precipitación;
- en la segunda fase del procedimiento, se precipita carbonato de calcio a partir de la segunda porción, típicamente la porción restante, del hidróxido de calcio en el segundo reactor de precipitación, y
- el carbonato de calcio precipitado en el segundo reactor de precipitación y el carbonato de calcio dirigido al segundo reactor de precipitación desde el primer reactor de precipitación, así como cualquier eventual hidróxido de calcio remanente que ha sido aportado al reactor de precipitación, son dirigidos al tercer reactor de precipitación, o bien, si se ha agotado por completo el hidróxido de calcio, se descarga del procedimiento de precipitación el carbonato de calcio.

40 Un método y aparato según la invención permiten la carbonatación completa o casi completa de hidróxido de calcio, de modo que se forman partículas estables, sueltas y, en promedio, de tamaño homogéneo. Por lo tanto, el producto de carbonato de calcio tiene en su mayoría calidad homogénea. Esencialmente no se produce aglomeración en el

producto, y por lo tanto el producto no cambia esencialmente incluso durante un largo período de tiempo.

Se ha determinado ahora que se pueden mantener sueltas las partículas de carbonato de calcio que se forman en un reactor de precipitación según la invención, y se puede controlar el tamaño de partícula de las mismas, por ejemplo,

- 5 - regulando la temperatura de la precipitación,
- regulando la temperatura de las materias primas,
- regulando la cantidad del lodo o solución de hidróxido de calcio aportado y/o su contenido de materia seca,
- regulando la cantidad de gas de dióxido de carbono
- 10 - regulando la velocidad de giro de los rotores, la estructura del rotor, el número de anillos y palas, y la posición de las palas, del aparato de pulverización y rociado, y/o
- utilizando un aditivo adecuado.

15 Mediante la regulación del contenido de materia seca del lodo de hidróxido de calcio o bien la concentración de la solución de hidróxido de calcio, es posible influir en el contenido de materia seca del carbonato de calcio que se forme en el reactor de precipitación. El contenido de materia seca del carbonato de calcio precipitado se regula típicamente para ser < 30%, más típicamente 10 - 20%.

También se pueden alterar características del carbonato de calcio que se produzca, tales como el tamaño de partícula, la forma del cristal, superficie específica, soltura y/o uniformidad, mediante el uso de diversos aditivos. En algunos casos es posible reducir el enfriamiento del reactor de precipitación con el uso de aditivos. Los aditivos también se pueden utilizar para obtener un tamaño de partícula todavía más pequeño.

20 Así, además de hidróxido de calcio y dióxido de carbono, se puede aportar al reactor de precipitación algún poliol, por ejemplo sorbitol. Se puede añadir poliol

- al lodo de hidróxido de calcio que se va a aportar al reactor de precipitación, o bien al agua de apagado utilizada para producir este lodo,
- directamente al reactor de precipitación, por ejemplo, al aparato de pulverización y rociado, y/o
- 25 - al material que contiene carbonato de calcio que se descarga desde el reactor de precipitación.

El poliol, por ejemplo sorbitol, permite la formación de partículas de carbonato de calcio pequeñas, y también afecta a sus propiedades químicas de superficie. La adición de poliol también permite la formación de partículas muy pequeñas con menos enfriamiento, posiblemente sin ningún enfriamiento. Se añade típicamente poliol en un porcentaje de 0,1 - 3%, más típicamente 1 - 2% del producto.

30 Las características de un producto de carbonato de calcio producido según la invención también pueden verse afectadas por el uso de diversos aditivos, tales como compuestos de ácidos grasos, típicamente ácido esteárico o ácido resínico. Se pueden utilizar además otros aditivos, tales como agentes dispersantes.

35 Se ha reconocido ahora, que mediante la aportación de una sustancia mineral reactiva, tal como lechada de cal, según la invención, en forma de una neblina muy fina a gas de dióxido de carbono, que produce la precipitación, se puede hacer que la sustancia mineral reactiva y el gas que produce la precipitación se mezclen entre sí de manera notablemente fácil, y de manera muy eficiente, para precipitar carbonato de calcio. Incluso es posible obtener la carbonatación completa en un corto período de tiempo de reacción, es decir, rápidamente.

40 La precipitación de carbonato de calcio (PCC) a partir de hidróxido de calcio se inicia inmediatamente y las reacciones entre el hidróxido de calcio y el dióxido de carbono tienen lugar de manera notablemente rápida. Regulando la temperatura de la sustancia mineral aportada, la temperatura de reacción, la temperatura o la consistencia del gas aportado, empleando un método y un aparato según la invención, se pueden controlar características tales como la superficie específica y el tamaño de partícula del carbonato de calcio que se forma.

45 Se supone que las reacciones transcurren de manera más rápida y más eficientemente cuanto más finamente se pueda dispersar la sustancia mineral, es decir, cuanto más finamente esté fragmentada en el momento de ser aportada al reactor de precipitación. Cuando se utiliza una solución de hidróxido de calcio, se puede desintegrar el material en gotas particularmente pequeñas. La eficacia del rociado también puede verse afectada por las construcciones del aparato de desintegración y rociado y del reactor de precipitación.

50 Según la invención, la temperatura durante la precipitación puede ajustarse así, reduciéndola, de modo que las partículas de carbonato de calcio formadas permanezcan sueltas, es decir, no tengan ninguna tendencia particular a adherirse entre sí. Se consigue también el mismo resultado, partículas de carbonato de calcio sueltas, mediante el

uso de aditivos. La adición de, por ejemplo, polioles, tales como sorbitol, reducirá la tendencia de las partículas a adherirse entre sí.

Mediante el uso de un aparato de desintegración y rociado que funciona según el principio de un molino de púas, tal como una mezcladora de impacto o mezcladora de flujo continuo, es posible aportar de manera continua y simultánea al reactor de precipitación una sustancia mineral, es decir, hidróxido de calcio, y un gas que produce la precipitación. La solución de sustancia mineral será dispersada en el gas precipitante en forma de gotas o partículas muy finas que forman una suspensión gaseosa similar a una neblina, en la cual el gas y la sustancia mineral reactiva usada para la precipitación se activan y mezclan de manera muy eficaz. Mediante el uso de una solución según la invención, las sustancias participantes en el procedimiento de precipitación se homogeneizan en forma de una suspensión gaseosa, en la cual las reacciones entre diferentes componentes pueden tener lugar instantáneamente.

Mediante el uso de un aparato que funciona según el principio de un molino de púas, el material que se aporta al reactor de precipitación puede ser dirigido en el seno del gas dentro del reactor de precipitación que contiene dióxido de carbono mediante impactos secuenciales repetitivos, impactos dobles, fuerzas de cizallamiento, turbulencia, pulsos de sobrepresión o de depresión, u otras fuerzas correspondientes que desintegran la sustancia mineral en partículas muy pequeñas, de $< 200 \mu\text{m}$, y fina neblina.

Un aparato que funciona según el principio de un molino de púas comprende varios, típicamente 3 - 8, más típicamente 4 - 6, anillos coaxiales equipados con palas o similares, de los cuales al menos uno de cada dos anillos funciona como un rotor y los anillos adyacentes como estatores, o bien como rotores que giran en dirección opuesta o bien en la misma dirección a velocidades diferentes. Las velocidades de anillo de los rotores pueden ser 5 - 250 m/s. La diferencia de velocidades entre los rotores adyacentes puede ser 5 - 400 m/s, típicamente 5 - 200 m/s. Se han presentado con anterioridad molinos o mezcladoras que funcionan según este principio en las publicaciones de patente finlandesa 105699 B, 105112B y en la publicación WO 96/18454.

En un aparato que funciona según el principio de un molino de púas, típicamente la sustancia mineral es guiada con la ayuda de los rotores y eventuales estatores para moverse radialmente hacia fuera. La extensión de los anillos rotores y eventuales estatores desde el centro de los anillos hacia fuera produce una diferencia de presión entre la entrada, es decir, el centro, y la salida, es decir, el anillo exterior de la mezcladora de flujo continuo. La presión disminuye desde el centro hacia fuera. La diferencia de presión creada ayuda a transportar la sustancia mineral a través del aparato. Las palas, o similares, montadas en los anillos del aparato pueden estar diseñadas para producir tanto impactos como dobles impactos en el material que fluye hacia fuera y crear fuerzas de cizallamiento, turbulencia y pulsos de sobrepresión o de depresión, que trituran, o bien desintegran y rocían el material. Un aparato que funciona según el principio de un molino de púas es capaz de manejar eficientemente flujos de mineral tanto con alto contenido de materia seca como con muy bajo contenido de materia seca, para adaptarse a la precipitación. El funcionamiento del aparato es fácil de regular. Así, en un reactor de precipitación según la invención, es posible precipitar sustancias minerales con diferentes contenidos de materia seca, tales como $< 30\%$, típicamente 10 - 25%.

Un método y aparato según la invención hacen posible seleccionar libremente las condiciones, tales como las materias primas, las proporciones de aportación de las materias primas, el pH, la presión y la temperatura, que sean las más adecuadas para cada procedimiento. Una solución según la invención no establece ningún límite para estas condiciones.

Además del material reactivo utilizado para la precipitación, típicamente hidróxido de calcio, se pueden aportar al reactor de precipitación otras sustancias, por ejemplo unas adecuadas para el tratamiento ulterior del carbonato de calcio precipitado.

Antes de que entre en el reactor de precipitación, mientras está en el reactor de precipitación, o después de que salga del reactor de precipitación, se pueden añadir a la sustancia mineral aditivos adecuados para el tratamiento superficial de partículas; por ejemplo aditivos que afecten a la hidrofobicidad de las superficies, el crecimiento de las partículas o la capacidad de las partículas para permanecer sueltas entre sí. Los aditivos típicos incluyen polioles, tales como sorbitol, azúcar, ácidos grasos, tales como ácido esteárico, ácido resínico, ácido fosfórico, sustancias dispersantes, tales como soluciones acuosas de sales de sodio y amonio de polímeros acrílicos. Se pueden aportar al reactor de precipitación de manera simultánea los aditivos que se utilicen, o bien algunos de ellos.

Se describirá ahora con más detalle la invención con referencia a las figuras adjuntas, en las cuales la Figura 1 ilustra esquemáticamente y como ejemplo, una sección transversal vertical de un reactor de precipitación según la invención;

la Figura 2 ilustra esquemáticamente y como ejemplo, una sección transversal horizontal de un aparato de desintegración y rociado montado en el reactor de precipitación presentado en la Figura 1;

la Figura 3 ilustra esquemáticamente y como ejemplo, una sección transversal vertical de un segundo reactor de precipitación según la invención;

la Figura 4 ilustra esquemáticamente y como ejemplo, una sección transversal horizontal del aparato de desintegración y rociado para el tipo de reactor de precipitación presentado en la Figura 3;

la Figura 5 ilustra esquemáticamente y como ejemplo, una sección transversal vertical de un grupo de reactores de precipitación según la invención;

la Figura 6 ilustra esquemáticamente y como ejemplo, una sección transversal vertical de un segundo grupo de reactores de precipitación según la invención;

5 la Figura 7 ilustra esquemáticamente y como ejemplo, una sección transversal vertical de un tercer grupo de reactores de precipitación según la invención.

La Figura 1 ilustra un reactor 10 de precipitación de funcionamiento continuo según la invención, que comprende un recipiente 12 de precipitación, un aparato 14 de desintegración y rociado montado en el recipiente de precipitación, una tubería 16 de aportación para el lodo de hidróxido de calcio, una tubería 18 de aportación para el gas de dióxido de carbono que produce la precipitación, y una tubería 20 de descarga para la suspensión de carbonato de calcio. El aparato consta, además, de un actuador 22, que incluye el conjunto 24 de cojinete y cierre entre el actuador 22 y el aparato 14.

10 El material que contiene hidróxido de calcio, el lodo de hidróxido de calcio, que ha de aportarse al reactor de precipitación, se puede enfriar según la invención antes de ser aportado al reactor de precipitación. Por ejemplo, en la tubería 16 de aportación para el lodo de hidróxido de calcio se puede montar un enfriador 11 que enfriará el lodo a la temperatura deseada.

De manera similar se puede enfriar el gas de dióxido de carbono, si se desea, empleando un enfriador 11' antes de ser aportado al aparato 14 de desintegración y rociado.

20 El reactor 10 de precipitación puede estar equipado con una camisa 13 de enfriamiento, tal como se ilustra en la Figura. 1, según la invención, que puede rodear casi todo el aparato, tal como se ilustra en la Figura, o bien sólo parte del mismo. La camisa 13 de enfriamiento está equipada con algún método de enfriamiento convencional que no se presenta con más detalle en la presente memoria.

De manera adicional o alternativa, se pueden montar en el reactor de precipitación uno o varios enfriadores 15 separados, que están en contacto con el material en la parte superior del reactor, y/o un enfriador 15', que está en contacto con el material de carbonato de calcio en la parte inferior del reactor.

De manera adicional o alternativa, se puede disponer la circulación del material que contiene carbonato de calcio en el reactor de precipitación desde la tubería 20 de descarga, a través de una tubería 16', a la tubería 16 de aportación que conduce al aparato 14 de desintegración y rociado. La tubería 16' está equipada con un enfriador 17. El material puede ser devuelto directamente al recipiente de precipitación, si se desea, por ejemplo a su parte inferior. Se enfría en el enfriador 17 el material circulante, y se devuelve como agente de enfriamiento al reactor de precipitación.

30 Un aparato 14 de desintegración y rociado montado en el reactor de precipitación, del cual se presenta en la Figura 2 una sección transversal horizontal, es una mezclador de impacto o mezcladora de flujo continuo que funciona según el principio de un molino de púas, que consiste en 6 anillos dispuestos coaxialmente 26, 26', 26", 28, 28', 28" equipados con palas 26a, 26'a, 26"a, 28a, 28'a, 28"a. En el aparato 14, el lodo de hidróxido de calcio que ha de aportarse al reactor de precipitación, y otra eventual sustancia sólida, se desintegra en pequeños fragmentos, gotas de líquido y/o partículas sólidas, y es aportado desde el aparato 14 como un material en forma de neblina al recipiente 12 de precipitación. El tiempo de residencia en el aparato de desintegración y pulverización es muy corto, < 10 segundos, típicamente < 2 segundos, lo más típicamente incluso menos de 1 segundo.

40 Tal como indican las flechas presentadas en la Figura 2, los primeros anillos 26, 26', 26" del aparato 14 de desintegración y rociado funcionan como rotores que, en el caso presentado en la Figura, giran en sentido antihorario. Los segundos anillos 28, 28', 28", adyacentes a los primeros anillos, también funcionan como rotores que, sin embargo, en el caso presentado en la Figura, giran en sentido horario. La diferencia de velocidad entre los anillos de los rotores que giran en direcciones opuestas es 5 - 400 m/s, típicamente 5 - 200 m/s. Las palas 26a, 26a', 26a" y 28a, 28a', 28a", que están montadas en los anillos, se encuentran con el lodo de hidróxido de calcio que se desplaza a través del aparato radialmente hacia el exterior, haciéndole objeto de repetidos impactos y dobles impactos. Al mismo tiempo, cuando las palas se acercan unas a otras se genera sobrepresión entre las palas de los rotores adyacentes, y se genera depresión cuando las palas se separan unas de otras. Las diferencias de presión generan muy rápidamente pulsos de sobrepresión y de depresión en el lodo. Por otra parte, también se generan al mismo tiempo fuerzas de cizallamiento y turbulencia en el material que se desplaza a través del aparato 14.

50 El lodo de hidróxido de calcio, y otra eventual sustancia, es aportado a través de la tubería 16, tal como se presenta en la Figura 1, a la sección central 30 del aparato 14 de desintegración y rociado, desde el cual el lodo se desplaza radialmente hacia fuera hacia el borde exterior abierto 32 del anillo exterior 28" por el efecto de las palas del rotor y por la diferencia de presión creada entre el centro y el anillo exterior del aparato. Si se desea, también se puede aportar el lodo de hidróxido de calcio, y otra eventual sustancia al aparato 14 entre los anillos. Si se desea, el hidróxido de calcio y otras eventuales sustancias se pueden aportar al aparato 14 a través de tuberías separadas, en cuyo caso no entran en contacto una con otra hasta que están en este aparato.

Los impactos e impactos dobles, fuerzas de cizallamiento, turbulencia y pulsos de depresión y sobrepresión generados por las palas de rotor, que giran en direcciones opuestas, desintegran el lodo de hidróxido de calcio a fragmentos muy finos, gotas de líquido y partículas sólidas. Sin embargo, en una solución según la invención el material es capaz de fluir por una ruta relativamente abierta a través de los anillos, y por lo tanto no hay riesgo de bloqueo en el aparato.

En la solución según la invención presentada en la Figuras 1 y 2, el gas que produce la precipitación, CO_2 , es dirigido a través de una tubería 18 a la sección central 30 de los anillos del aparato 14 de desintegración y rociado. De manera adicional o alternativa, el gas que produce la precipitación puede ser aportado entre los anillos, si se desea. Desde esta ubicación central 30, o bien desde el espacio entre los anillos, el gas fluye radialmente hacia fuera generando, tanto en el aparato 14 como en el recipiente 12 de precipitación en torno al mismo, un espacio gaseoso 34 que contiene el gas que produce la precipitación. El gas es descargado a través de una tubería 21, ubicada en la sección superior del reactor de precipitación. Algo del gas descargado puede hacerse circular de vuelta al reactor de precipitación a través de una tubería 18'. La tubería 18' está equipada con un dispositivo enfriador 17'. Las reacciones de precipitación comienzan ya en el aparato de desintegración y rociado, en cuanto el gas entra en contacto con el lodo de hidróxido de calcio u otra sustancia mineral.

Cuando se trata en el aparato 14 de desintegración y rociado, el lodo de hidróxido de calcio forma gotas y partículas muy finas que serán dispersadas desde el aparato 14 hacia una sección 34' del espacio gaseoso que rodea el aparato. Las gotas y partículas finas son lanzadas afuera del aparato 14, principalmente desde su zona de anillo externo, como un flujo 36 en forma de neblina. Las reacciones de precipitación fuera del aparato de aportación pueden continuar durante un tiempo relativamente largo mientras las finas gotas y partículas se dispersan ampliamente en el recipiente 12 de precipitación. El carbonato de calcio que precipita, y posiblemente algo de hidróxido de calcio sin precipitar, caen en la parte inferior del recipiente de precipitación, y son descargados desde el recipiente a través de la tubería 20.

El tamaño, forma, anchura y altura del recipiente 12 de precipitación pueden seleccionarse de manera que las gotas y partículas que son lanzadas afuera del aparato de aportación permanecen en el espacio gaseoso 34' del recipiente de precipitación durante un tiempo de permanencia que es lo más apropiado posible. Por ejemplo, el hecho de incrementar la altura del reactor 12 de precipitación, haciéndolo parecido a una torre, o aumentar su diámetro, incrementan el tiempo de residencia del lodo de hidróxido de calcio.

Los procesos en el reactor 10 de precipitación también se pueden regular, por ejemplo, ajustando el número de anillos, la distancia entre los anillos, la distancia entre las palas de cada anillo, y la dimensión y posición de las palas en el aparato 14 de desintegración y pulverización.

Las Figuras 3 y 4, que ilustran un segundo reactor de precipitación según la invención, con su aparato 14 de desintegración y rociado, utilizan los mismos números de referencia que se han presentado en las Figuras 1 y 2, cuando es aplicable. El segundo reactor 10 de precipitación, presentado en la Figura 3 según la invención, difiere del aparato presentado en las Figuras 1 y 2, principalmente en que el reactor comprende un aparato 14 de desintegración y rociado equipado con un anillo exterior cerrado 32 que, al mismo tiempo, forma todo el reactor de precipitación. El reactor de precipitación no incluye una zona de precipitación separada que se extienda fuera del aparato de desintegración y rociado. La solución presentada en las Figuras 3 y 4 es adecuada para uso, por ejemplo, cuando se puede suponer que las reacciones de precipitación ya se han completado del modo deseado en el espacio gaseoso del aparato de desintegración y pulverización, o en caso de que haya varios reactores.

En el aparato de desintegración y rociado presentado en las Figuras 3 y 4, el anillo más externo 28" está rodeado por una carcasa 40 que cierra el anillo. La carcasa comprende una abertura 42 de descarga para descargar el carbonato de calcio precipitado desde el aparato 14. El carbonato de calcio precipitado puede ser dirigido desde la abertura 42 de descarga a tratamiento o transformación ulterior, o bien se puede hacer circular, a través de la tubería 43, a la tubería 16 y de vuelta al aparato 14 de desintegración y pulverización. La tubería 16 puede estar equipada con un enfriador 45.

Se pueden disponer en una serie secuencial dos o más de los dos tipos de reactores de precipitación presentados en las Figuras 1 y 3. La Figura 5 ilustra un grupo de tres reactores de precipitación del tipo presentado en la Figura 1. Los números de referencia son los mismos que en las figuras anteriores cuando es aplicable.

La Figura 5 ilustra tres reactores 10, 10' y 10" de precipitación en donde se pone en contacto hidróxido de calcio con gas de dióxido de carbono para carbonatar el hidróxido de calcio y formar carbonato de calcio, es decir, para precipitar CaCO_3 . Los reactores están conectados secuencialmente, de modo que la suspensión del carbonato precipitado y el hidróxido de calcio sin precipitar son dirigidos desde la tubería 20 de descarga del primer reactor 10 hacia la tubería 16' de aportación del segundo reactor 10'. Análogamente, la suspensión que contiene una mayor cantidad de carbonato de calcio carbonatado es dirigida a través de la tubería 20' de descarga del segundo reactor 10' a la tubería 16" de aportación del tercer reactor 10".

El gas que contiene dióxido de carbono se conduce a cada reactor a través de las tuberías 18, 18', 18". El gas que contiene dióxido de carbono se conduce a través de la tubería 18 de aportación al primer reactor 10, lo que induce la

precipitación (carbonatación) y la formación de un carbonato en el aparato 14 de desintegración y rociado. El mismo gas, u otro gas que contenga dióxido de carbono, puede ser conducido a los segundo y tercer reactores 10', 10" de precipitación a través de las tuberías 18', 18" para completar las reacciones de precipitación (carbonatación). El gas es eliminado de los reactores a través de tuberías 21, 21', 21" de descarga.

- 5 Según la invención, en el caso presentado en la Figura 5, están montados enfriadores 17 y 17' en las tuberías 20 y 20' de descarga, para enfriar el material que va a ser aportado a los reactores 20' y 20" de precipitación.

Entre los reactores 10, 10' y 10" de precipitación se pueden instalar tanques de separación o de almacenamiento, en donde se puede almacenar unos instantes, durante unos minutos, o incluso durante más tiempo el producto que contiene carbonato de calcio procedente del anterior reactor de precipitación.

- 10 La Figura 6 ilustra un segundo grupo de reactores de precipitación, que comprende un reactor 10 de precipitación del tipo presentado en la Figura 3, montado secuencialmente, y dos reactores 10', 10" de precipitación del tipo presentado en la Figura 1, que se han añadido a la serie.

15 Se conduce hidróxido de calcio a través de la tubería 16, y a través de la tubería 18 se conduce gas que contiene dióxido de carbono al primer reactor 10 de precipitación, es decir, al aparato 44 de desintegración y rociado. El material que sale del reactor 10 de precipitación es dirigido a un separador 50 de gas, en donde se separa el gas que contiene dióxido de carbono del material que contiene hidróxido de calcio y carbonato de calcio. El gas que contiene dióxido de carbono y vapor es dirigido a través de la tubería 54 a un aparato 52 de lavado y enfriamiento, desde donde el gas que contiene dióxido de carbono es dirigido, a través de la tubería 18', al aparato de desintegración y rociado del segundo reactor 10' de precipitación. El material que contiene hidróxido de calcio y carbonato de calcio es dirigido desde el separador de gas a través de la tubería 16', que está equipada con un enfriador 11, al aparato 14 de desintegración y rociado del segundo reactor de precipitación.

20 El gas, que contiene típicamente vapor y dióxido de carbono, es eliminado de la sección superior del reactor 10' de precipitación a través de la tubería 21. El gas es conducido para tratamiento en el aparato 52 de lavado de gas y enfriamiento. En el aparato 52, parte del gas tratado que contiene dióxido de carbono es hecho circular a través de la tubería 18' de vuelta al reactor 10' de precipitación, y el resto 18" es dirigido al siguiente reactor 10" de precipitación. El carbonato de calcio precipitado y el hidróxido de calcio no precipitado, que se reúnen en la sección inferior del reactor de precipitación, son descargados a la tubería 20 de descarga.

25 El tercer reactor 10" de precipitación, tal como se presenta en la Figura 6, trabaja principalmente según el mismo principio que el segundo reactor 10' de precipitación. El material, que ha sido retirado de la parte inferior del segundo reactor 10' a la tubería 20, y que contiene hidróxido de calcio además del carbonato de calcio precipitado, es dirigido a través de la tubería 16" a lo largo de la parte inferior al aparato 14' de desintegración y rociado del tercer reactor 10". Desde el aparato 52 de lavado y enfriamiento, el gas que contiene dióxido de carbono es dirigido al tercer reactor 10" a través de la tubería 18". Desde la parte inferior del tercer reactor 10" se descarga, a través de la tubería 20', carbonato de calcio completamente precipitado. El gas es retirado de la sección superior del tercer reactor 10" a través de la tubería 21', y es conducido al aparato 52 de lavado y enfriamiento para ulterior circulación.

30 La Figura 7 ilustra un grupo de reactores de precipitación que comprende un reactor 10 de precipitación del tipo presentado en la Figura 3 y tres reactores 10', 10", 10" de precipitación del tipo presentado en la Figura 1, que han sido añadidos a la serie. El primer reactor de precipitación trabaja como el reactor de precipitación presentado en la Figura 6. Los tres reactores 10', 10", 10" de precipitación tales como se presentan en la Figura 1, han sido montados cada uno encima de otro, y el lodo de hidróxido de calcio es aportado desde la parte superior a los aparatos 14, 14', 14" de aportación situados en los reactores de precipitación. El segundo reactor 10' está en la parte superior y el tercer reactor 10" está en la parte inferior, con lo cual el material que contiene el hidróxido de calcio y el carbonato de calcio fluye principalmente hacia abajo cuando se desplaza a través de los reactores.

Ejemplos

- 45 El propósito de los experimentos presentados en los siguientes ejemplos es mostrar cómo es posible afectar a la superficie específica y al tamaño de partícula del carbonato de calcio precipitado mediante la aplicación de una solución según la invención. El propósito es sólo ilustrar la invención, no limitarla.

50 En la siguiente sección se presentan los resultados de los experimentos KP1 - KP4. En estos experimentos, según la invención, se produjo precipitación en el lodo de hidróxido de calcio empleando un gas que contenía dióxido de carbono. En los experimentos KP1 y KP2, se enfrió el lodo de hidróxido de calcio a 13°C antes del inicio de la carbonatación. Por otra parte, en el experimento KP2 el lodo a carbonatar fue enfriado durante la carbonatación. En los experimentos KP3 y KP4, la temperatura inicial del lodo de hidróxido de calcio era 30°C. En el experimento KP4, se añadió sorbitol al lodo de hidróxido de calcio.

55 En todos los experimentos, el contenido de materia seca, la calidad del $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y la composición del gas que contenía CO_2 eran los mismos.

Se ajustó el contenido de materia seca del lodo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ de modo que la materia seca del producto final, el

carbonato de calcio precipitado, fuera 17%.

5 KP1. Se ajustó la temperatura del lodo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a 13°C , después de lo cual se bombeó el lodo a través del reactor de precipitación. Se aportó al aparato una cantidad en exceso de gas que contenía CO_2 . A medida que el lodo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ era aportado al reactor de precipitación, formaba gotas a modo de neblina muy finas que se mezclaban con el gas que contenía CO_2 . Este tratamiento se repitió tres veces, después de lo cual el pH del carbonato de calcio precipitado obtenido, lodos de PCC, era 6,8. Durante el tratamiento, la temperatura ascendió a 55°C .

10 KP2. El segundo experimento se realizó como el primer experimento, salvo en que se enfrió el lodo durante el proceso, de modo que su temperatura no excedió de 27°C . Después del tercer tratamiento, el pH del lodo de PCC era 6,9.

KP3. El tercer experimento se realizó como el primer experimento, salvo en que la temperatura del lodo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ era 30°C al comienzo del experimento. Durante el tratamiento, la temperatura del lodo ascendió a 61°C . Después del tratamiento, el pH del lodo era 6,8.

15 KP4. El cuarto experimento se realizó como el tercer experimento, salvo en que se añadió al lodo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 1,5% de sorbitol, calculado con respecto al PCC a producir. Durante este tratamiento la temperatura del lodo ascendió a 60°C . Después del tercer tratamiento, el pH del lodo era 6,9.

Se midió (utilizando un dispositivo Micrometrics Flowsorb III) la superficie específica de las muestras así producidas, y se determinó el tamaño medio de las partículas utilizando imágenes de microscopio electrónico. En la Tabla 1 se presentan los resultados.

20

Tabla 1

Experimento	KP1	KP2	KP3	KP4	
enfriamiento	--	sí	--	--	
temperatura inicial	13	13	30	30	$^\circ\text{C}$
temperatura máxima	55	27	61	60	$^\circ\text{C}$
sorbitol	--	--	--	1,5	%
d50	40	30	50	35	nm
superficie específica	60	81	48	65	m^2/g

25 Los experimentos KP1 y KP2 demuestran que enfriando durante la precipitación el lodo ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) que estaba siendo carbonatado, fue posible obtener un producto de carbonato de calcio en el cual el tamaño de partícula era notablemente menor (30) que sin enfriamiento (40). En correspondencia, la superficie específica del producto en KP2 (81) era mayor que en el experimento KP1 (60).

Los experimentos KP1 y KP3 demuestran que en KP1, en donde se había reducido la temperatura inicial del lodo de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, es posible obtener un producto de carbonato de calcio en el cual la superficie específica es mayor, y el tamaño de partícula menor, que en KP3.

30 Los experimentos KP3 y KP4 demuestran que es posible obtener partículas más pequeñas y una superficie específica correspondientemente mayor cuando se añade sorbitol.

35 La solución según la invención ha conseguido un método y aparato simples, de funcionamiento continuo y técnico-económicamente rápidos para producir industrialmente un producto de carbonato de calcio formado por partículas muy pequeñas, de < 100 nm, y en su mayoría sueltas. El método permite fácilmente la completa carbonatación de hidróxido de calcio. El tiempo de reacción es corto, es decir, la carbonatación es rápida, lo que conduce a la formación de partículas pequeñas y homogéneas con una gran superficie específica. El procedimiento es menos dependiente del tamaño de partícula y del contenido de materia seca de la alimentación de hidróxido de calcio.

El método y aparato son simples. Los principales componentes del producto típicamente se pueden añadir al procedimiento de manera simultánea, en cuyo caso las sustancias reaccionan entre sí inmediatamente.

5 El método y aparato también conducen a un resultado final económico. El aparato utilizado es energéticamente eficiente con respecto a los resultados obtenidos. El aparato convierte la sustancia mineral aportada, lodo o una solución que contiene hidróxido de calcio, a gotas o partículas muy finas. En el método, el material de partida puede ser hidróxido de calcio con un alto contenido de materia seca, que también produce un producto de carbonato de calcio con un alto contenido de materia seca.

El método admite una amplia variedad de variables, lo que hace que sea más fácil encontrar los ajustes correctos para cada caso específico. El enfriamiento hace que sea posible crear una temperatura de trabajo uniforme si fuera necesario.

10 Utilizando un poliol tal como sorbitol como aditivo en asociación con el procedimiento de carbonatación, es posible influir en la superficie específica, el tamaño de partícula y/o la homogeneidad del carbonato de calcio a formar. En ese caso, no se necesita mucho enfriamiento, o posiblemente nada en absoluto, para producir el producto de carbonato de calcio deseado con un tamaño de partícula muy pequeño. Por otra parte, se pueden obtener tamaños de partícula aún más pequeños empleando al mismo tiempo enfriamiento y una adición de poliol.

15 Además, se pueden utilizar otros aditivos que afecten directamente a las propiedades químicas de superficie del producto.

No se pretende que la invención esté limitada a los ejemplos presentados en lo que antecede; por el contrario, se pretende que la invención se adapte ampliamente dentro del alcance de las reivindicaciones que se presentan a continuación.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir un producto de carbonato de calcio que comprende pequeñas partículas de carbonato de calcio en uno o varios reactores secuenciales (10, 10', 10", 10''') de precipitación, el cual método comprende
- 5 - la aportación de hidróxido de calcio (Ca(OH)_2) en forma de gotas y/o partículas a un gas que contiene dióxido de carbono y que está dentro del reactor de precipitación, para producir partículas de carbonato de calcio precipitado, caracterizado porque
- se aporta el hidróxido de calcio al reactor de precipitación a través un aparato (14, 44) de desintegración y rociado que funciona según el principio de un molino de púas y está montado en el interior del reactor o en asociación con el reactor, y porque
- 10 - se mantiene en $< 65^\circ\text{C}$ la temperatura en el reactor de precipitación,
- a) disponiendo elementos (15, 15') de enfriamiento en el reactor de precipitación, y/o
- b) haciendo circular el material que contiene carbonato de calcio, y/o el gas que contiene dióxido de carbono, al enfriador, equipado con un intercambiador de calor, desde el reactor de precipitación y de vuelta al reactor de precipitación desde el enfriador
- 15 para producir un producto de carbonato de calcio formado por pequeñas partículas de tamaño < 100 nm, sueltas de manera esencialmente permanente.
2. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura en el reactor de precipitación se reduce
- aportando al menos algo del dióxido de carbono al reactor de precipitación a una temperatura reducida, o incluso en forma de hielo seco,
- 20 - aportando al menos algo del hidróxido de calcio al reactor de precipitación a una temperatura reducida,
- disponiendo una camisa (13) de enfriamiento en el reactor de precipitación, y/o
- conduciendo el material que contiene carbonato de calcio y/o el gas que contiene dióxido de carbono desde el primer reactor de precipitación a través de un enfriador al segundo reactor de precipitación.
- 25 3. El método según la reivindicación 2, caracterizado porque al menos algo del hidróxido de calcio es aportado al reactor de precipitación a una temperatura $< 30^\circ\text{C}$, típicamente a $5 - 30^\circ\text{C}$, preferiblemente $10 - 20^\circ\text{C}$, lo más preferiblemente $< 17^\circ\text{C}$.
4. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque se mantiene la temperatura en el reactor de precipitación a $10 - 65^\circ\text{C}$, más preferiblemente $30 - 65^\circ\text{C}$ y lo más preferiblemente $< 40^\circ\text{C}$.
- 30 5. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque el reactor (10, 10', 10", 10''') de precipitación funciona de manera continua, con lo cual
- se están aportando continuamente al menos hidróxido de calcio y dióxido de carbono al reactor de precipitación y
- se está retirando continuamente un material que contiene carbonato de calcio del reactor de precipitación.
- 35 6. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque al menos algo del material que contiene carbonato de calcio que se retira del primer reactor (10) de precipitación es enfriado y hecho circular de vuelta al primer reactor (10) de precipitación, o bien es dirigido al siguiente reactor (10', 10", 10''') de precipitación a través del aparato que funciona según el principio de un molino de púas.
7. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque se aporta el hidróxido de calcio al reactor de precipitación en forma de una solución de hidróxido de calcio y/o en forma de un lodo de hidróxido de calcio y porque
- 40 - el tamaño de gota y/o el tamaño de partícula del lodo o solución hidróxido de calcio son reducidos a un tamaño de partícula < 200 μm en el aparato (14, 44) de desintegración y rociado, que funciona según el principio de un molino de púas, por impactos e impactos dobles, que están dirigidos al lodo y/o solución y que son generados por púas, palas o elementos correspondientes que están montados en el aparato (14, 44) y que se mueven a velocidades de anillo de $5 - 250$ m/s.
- 45 8. El método según las reivindicaciones 1 ó 6, caracterizado porque el tiempo de residencia del material que contiene hidróxido de calcio, y/o del material circulante que contiene carbonato de calcio, dentro del aparato (14, 44) de desintegración y rociado es < 10 s, típicamente < 2 s, lo más típicamente < 1 s.
9. El método según las reivindicaciones 1 ó 6, caracterizado porque el tiempo efectivo de carbonatación del material

que contiene hidróxido de calcio, y/o del material circulante que contiene carbonato de calcio, en el interior del reactor (10, 10', 10'', 10''') de precipitación es < 1 minuto, típicamente < 30 s, lo más típicamente < 10 s.

10. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque se aporta el dióxido de carbono al reactor de precipitación

- 5 - a través del aparato (14, 44) de desintegración y rociado que funciona según el principio de un molino de púas y/o
 - directamente al recipiente (12) de precipitación del reactor de precipitación utilizando un aparato separado de aportación de gas.

11. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque el método comprende un procedimiento de carbonatación en varios pasos, de funcionamiento continuo, en el cual

- 10 - en la primera fase del procedimiento, típicamente la fase principal, se precipita carbonato de calcio a partir de hidróxido de calcio en el primer reactor (10) de precipitación, tras de lo cual el carbonato de calcio precipitado en la primera fase del procedimiento y el hidróxido de calcio sin precipitar son dirigidos desde el primer reactor de precipitación al segundo reactor (10') de precipitación, y

- 15 - en la segunda fase del procedimiento, se precipita carbonato de calcio a partir de algo, típicamente la porción restante, del hidróxido de calcio que ha sido dirigido al segundo reactor de precipitación, tras de lo cual el carbonato de calcio precipitado en la segunda fase del procedimiento y el carbonato de calcio que ha sido dirigido desde el primer reactor de precipitación al segundo reactor de precipitación, y el eventual hidróxido de calcio sin precipitar restante, son dirigidos fuera del segundo reactor (10') de precipitación, en caso necesario al tercer reactor de precipitación (10'').

- 20 12. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque el tamaño de partícula del carbonato de calcio precipitado se controla ajustando el contenido de materia seca del hidróxido de calcio aportado al reactor o reactores de precipitación, típicamente ajustando el contenido de materia seca a < 30 %, típicamente 10 - 25%.

13. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque, además de hidróxido de calcio y dióxido de carbono, se aporta al reactor de precipitación algo de poliol, tal como sorbitol, y porque se añade el poliol

- 25 - al lodo de hidróxido de calcio que se va a aportar al reactor de precipitación, o bien al agua de apagado utilizada para producir este lodo

- directamente al reactor de precipitación, típicamente a través del aparato de desintegración y/o rociado y/o

- al material que contiene el carbonato de calcio que está siendo descargado del reactor de precipitación.

- 30 14. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque antes del reactor de precipitación, en el reactor de precipitación y/o después del reactor de precipitación se añaden al carbonato de calcio precipitado, por separado o simultáneamente, uno o más aditivos que son adecuados para el tratamiento superficial de partículas y que afectan a la hidrofobicidad, crecimiento o soltura de las partículas, por ejemplo un poliol, tal como sorbitol, azúcar, ácido graso, ácido esteárico, ácido resínico, ácido fosforoso, un agente dispersante, tal como soluciones acuosas de sales de sodio o de amonio de polímeros acrílicos.

- 35 15. El método según la reivindicación 1, caracterizado porque la velocidad de anillo de los rotores del aparato de desintegración y rociado que funciona según el principio de un molino de púas es 1 - 250 m/s, y porque la diferencia de velocidades de los anillos de los rotores que giran en la misma o diferente dirección, o la diferencia de velocidades de los anillos de rotores y estatores adyacentes es 5 - 400 m/s, típicamente 5 - 200 m/s.

- 40 16. Un aparato para producir un producto de carbonato de calcio a partir de hidróxido de calcio, que comprende pequeñas partículas de carbonato de calcio, el cual aparato comprende

- al menos un reactor (10, 10', 10'', 10''') de precipitación en el cual el hidróxido de calcio es desintegrado o rociado como gotas y/o partículas finas y dentro del cual se pone en contacto el hidróxido de calcio con el gas que contiene dióxido de carbono y

- 45 - aparatos (16) para aportar el hidróxido de calcio al reactor de precipitación, y aparatos (20) para retirar el producto de carbonato de calcio del reactor de precipitación, caracterizado porque el aparato comprende adicionalmente

- un aparato (14, 14', 14'', 14''') de desintegración y rociado que funciona según el principio de un molino de púas, para desintegrar el hidróxido de calcio en forma de pequeñas gotas y/o partículas en el reactor de precipitación, y

- aparatos (11, 11', 13, 15, 15', 17, 17', 45, 52) de enfriamiento para mantener una temperatura reducida en el reactor de precipitación, o bien un enfriador equipado con un intercambiador de calor.

- 50 17. El aparato según la reivindicación 16, caracterizado porque los aparatos de enfriamiento comprenden

ES 2 534 601 T3

- aparatos (11, 11', 17, 17', 45, 52) para reducir la temperatura de un material, tal como el hidróxido de calcio, dióxido de carbono o carbonato de calcio circulante que vaya a ser aportado al reactor de precipitación y/o

- aparatos (13, 15, 15') para mantener baja la temperatura del material en el reactor de precipitación.

18. El aparato según la reivindicación 16, caracterizado porque

5 - el aparato comprende dos o varios reactores secuenciales (10, 10', 10", 10''') de precipitación que tienen conexiones de flujo entre sí, y porque

- los enfriadores (11, 17, 17', 52) para enfriar el material de carbonato de calcio que fluye de un reactor a otro están dispuestos entre los reactores de precipitación dispuestos secuencialmente.

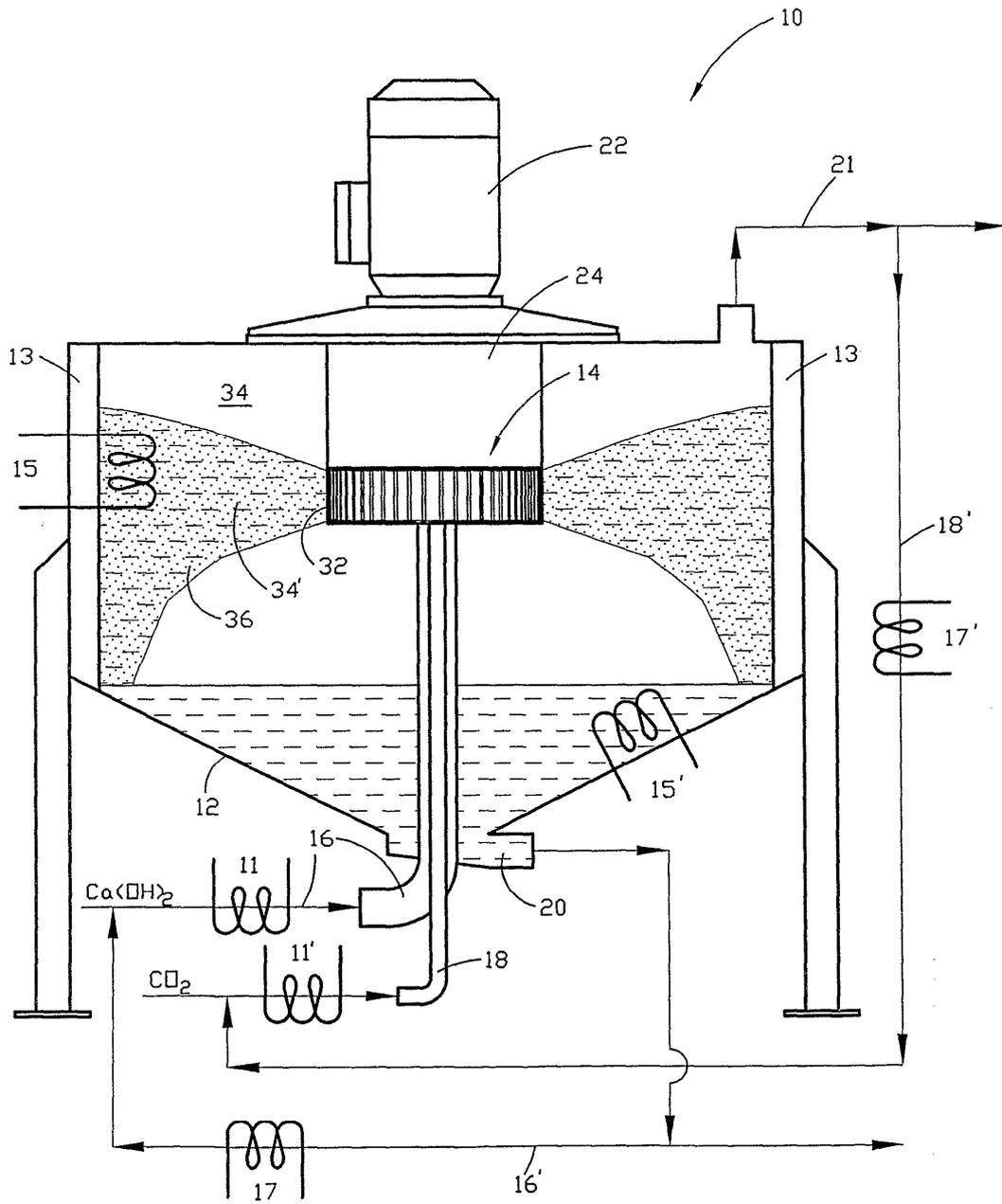


Fig.1

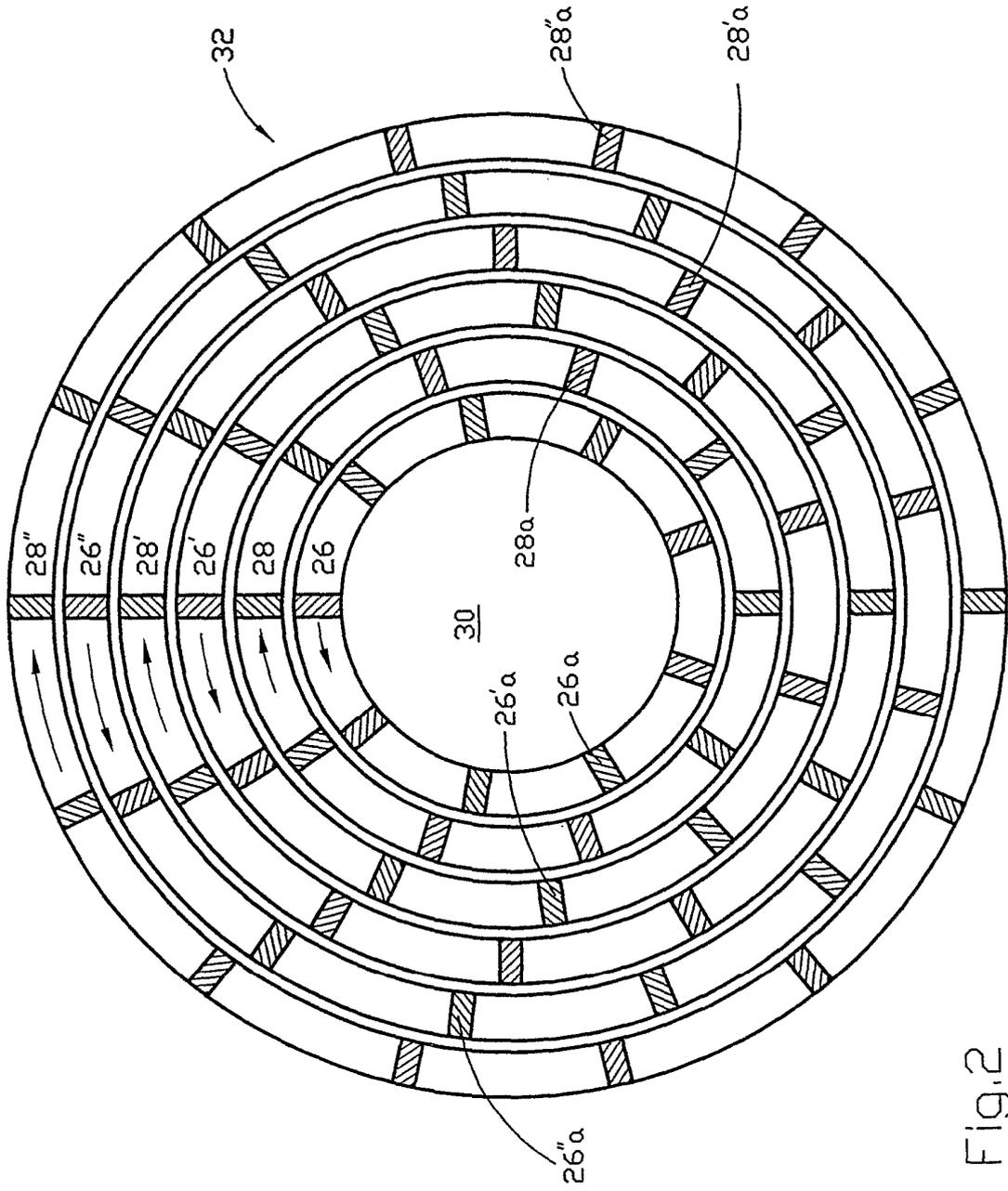


Fig.2

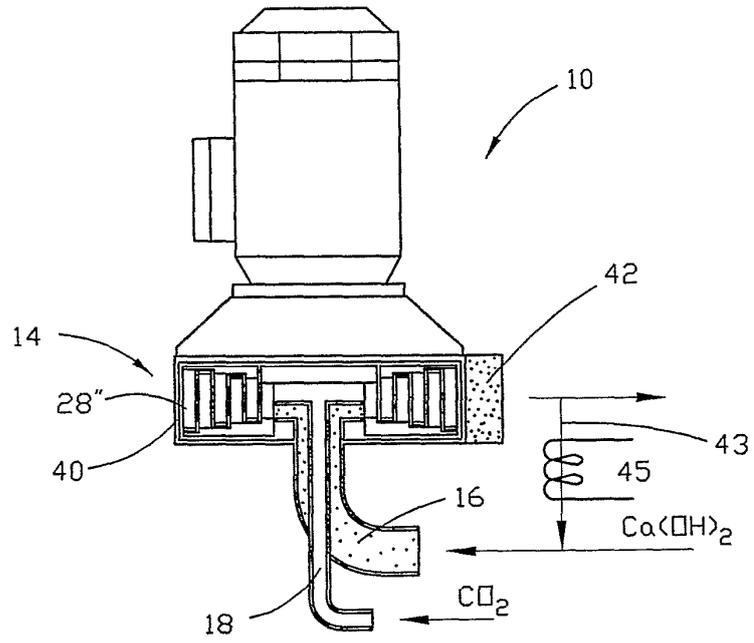


Fig.3

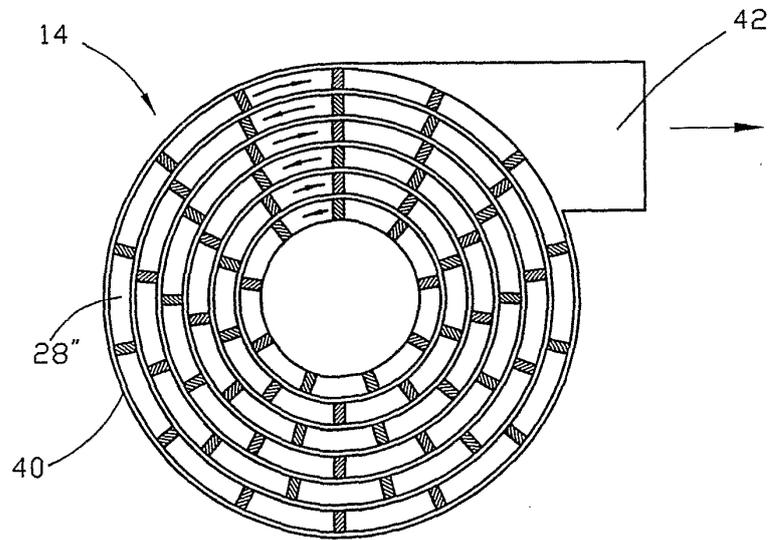


Fig.4

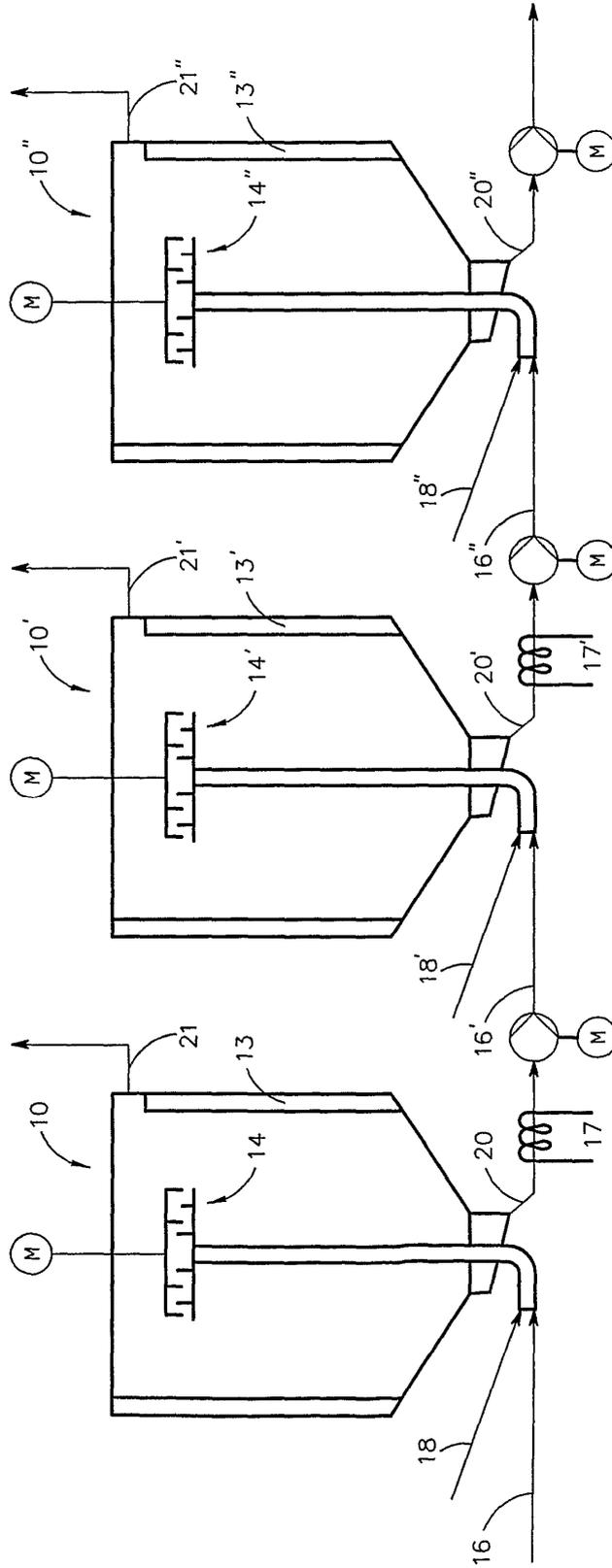


Fig.5

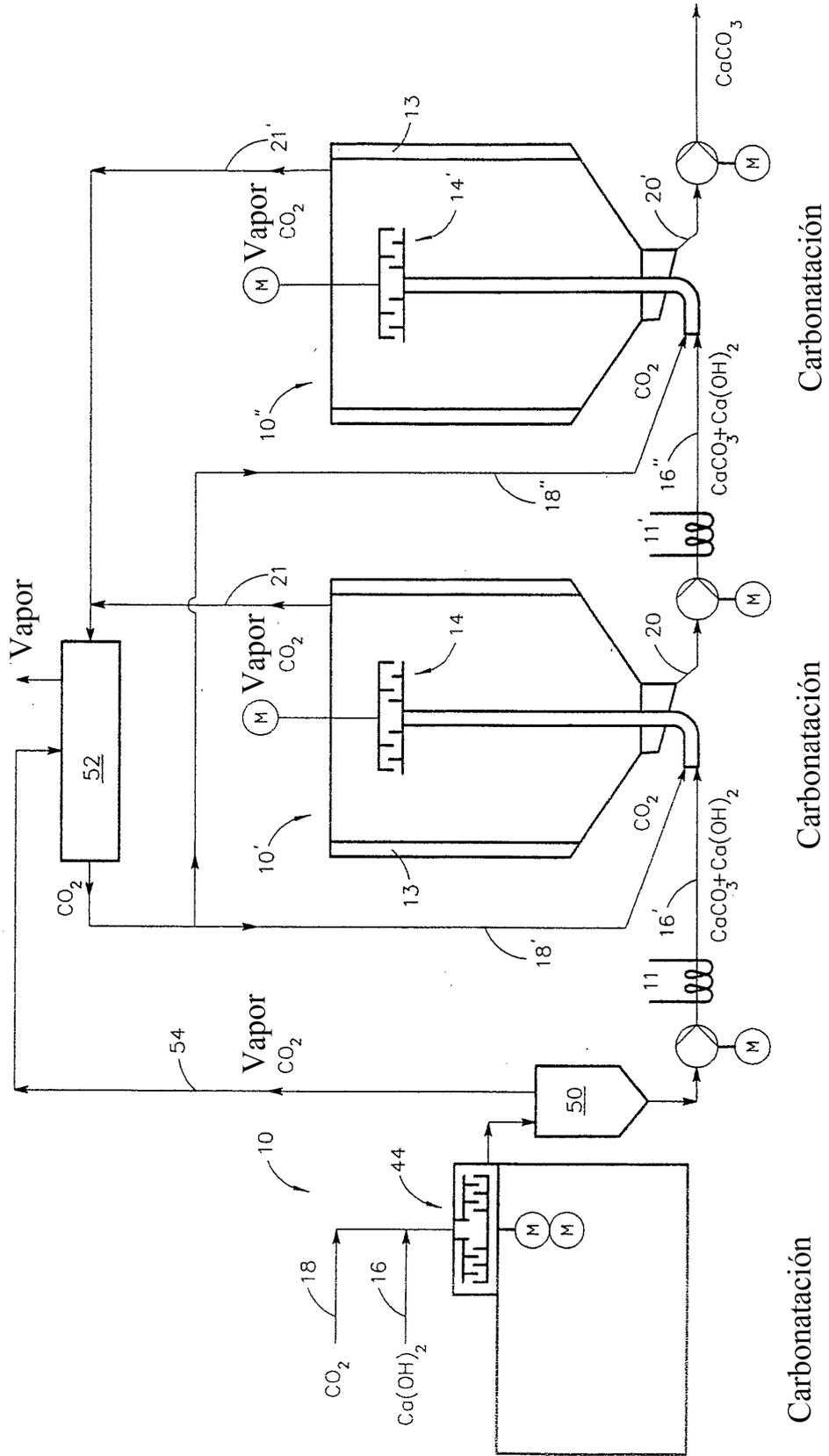


Fig.6

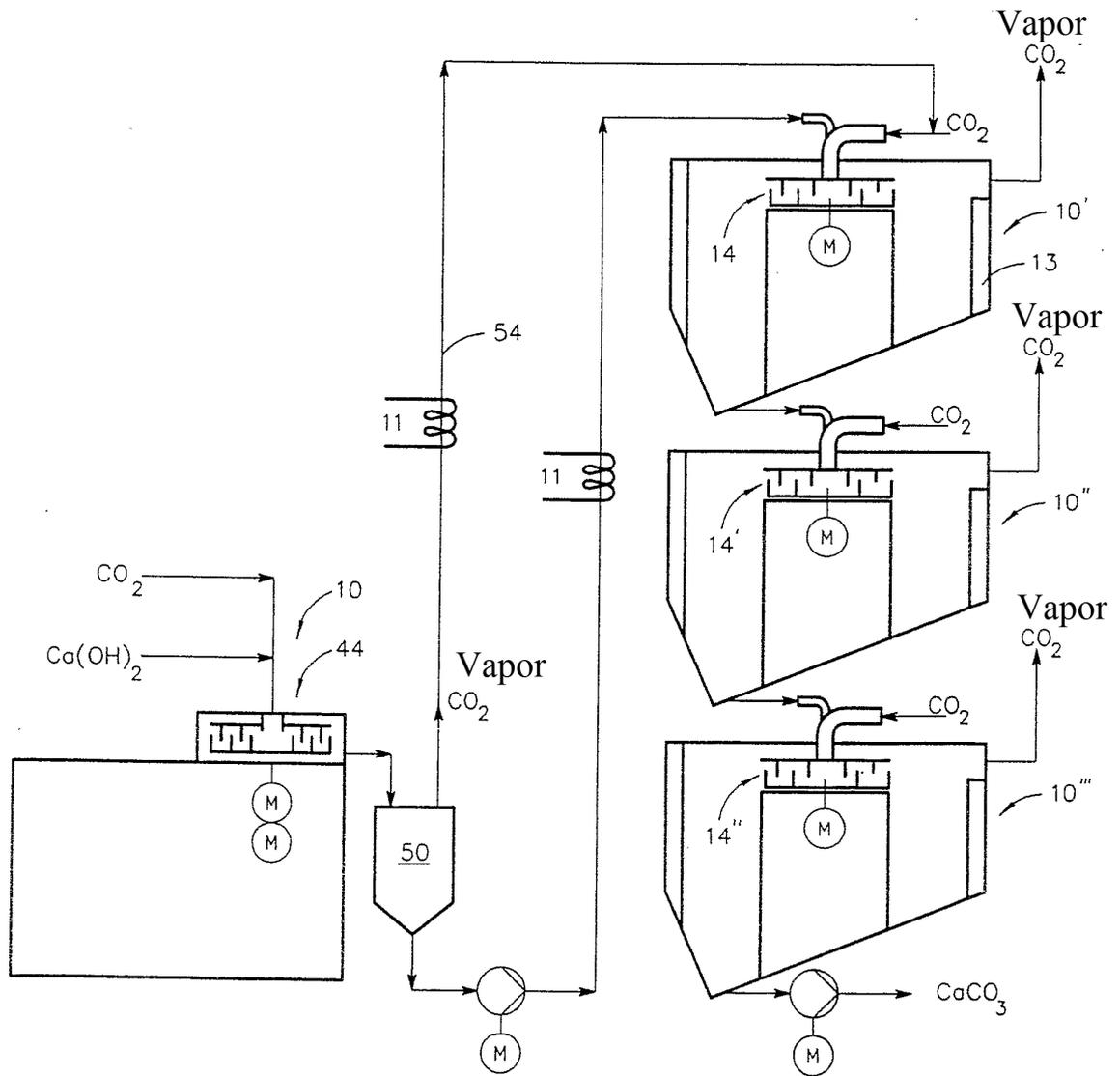


Fig. 7