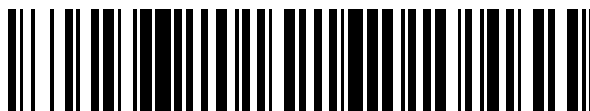


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 549 029**

51 Int. Cl.:

B82Y 30/00 (2011.01)
C01F 5/24 (2006.01)
C09D 7/12 (2006.01)
C09C 1/02 (2006.01)
C08K 3/26 (2006.01)
C01F 11/18 (2006.01)
C01B 31/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.05.2011 E 11166216 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.09.2015 EP 2524898**

54 Título: **Método para la producción de carbonato de calcio precipitado a partir de desecho de la molienda de pulpa**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.10.2015

73 Titular/es:

OMYA INTERNATIONAL AG (100.0%)
Baslerstrasse 42
4665 Oftringen, CH

72 Inventor/es:

POHL, MICHAEL y
SCHMÖLZER, THOMAS

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 549 029 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 para la producción de carbonato de calcio precipitado a partir de desecho de la molienda de pulpa

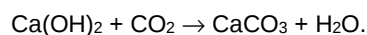
Campo técnico de la invención

5 La presente invención se refiere a un proceso para la producción de carbonato de calcio precipitado (PCC, según sus siglas en inglés) a partir de cal de desecho.

Antecedentes de la invención

10 El carbonato de calcio se usa en gran medida en la industria del papel como un componente de relleno en papel. Es un relleno de bajo costo y alto brillo, utilizado para aumentar el brillo y la opacidad de la lámina. Su uso ha aumentado drásticamente en las últimas décadas, debido a la conversión de una fabricación de papel ácido a alcalino, en los molinos de papel. En la industria del papel, se usan tanto carbonatos de calcio naturales como sintéticos. El carbonato natural, como la caliza, el mármol o la creta, se muele hasta un tamaño de partícula pequeño antes de su uso en papel, mientras que el carbonato de calcio sintético es fabricado mediante una reacción de precipitación, y por lo tanto, se denomina carbonato de calcio precipitado (PCC).

15 Habitualmente, el PCC se prepara mediante la introducción de CO₂ en una suspensión acuosa de hidróxido de calcio, por lo tanto denominada lechada de cal:



20 Este proceso ha demostrado la capacidad de producir PCC con superiores características de opacidad. El PCC es habitualmente superior en el opacado y el abrillantamiento de la lámina, en comparación con el carbonato de calcio molido (así denominado GCC). Se ha hallado que el carbonato de calcio precipitado con forma escalenoédrica, con una estructura de agregado de tipo roseta, imparte alta opacidad de lámina. El proceso de carbonatación además ha demostrado flexibilidad en la producción de diversas formas y tamaños de partícula para diversas aplicaciones, tanto como relleno de papel, como en revestimientos de papel.

25 Además de su uso en la industria de la fabricación de papel, el carbonato de calcio precipitado se usa también para diversos propósitos adicionales, por ejemplo, como un relleno o pigmento en la industria de la pintura, y como relleno funcional para la fabricación de materiales plásticos, plastisoles, compuestos de sellado, tintas de impresión, goma, pasta dental, cosméticos, etc.

Problemas técnicos

30 Actualmente, desde un concepto ecológico, se enfoca en la recuperación de material inutilizado derivado de un proceso, o en la recuperación de material utilizado de productos o procesos y en la reutilización de los materiales recuperados.

A modo de ejemplo, en el sistema de recuperación de productos químicos en molinos de pulpa Kraft, se descargan grandes cantidades de carbonato de calcio con baja pureza química como materiales de desecho sólidos, y por lo tanto, se encuentran fácilmente accesibles como una fuente de materia prima económica para la fabricación de rellenos de carbonato de calcio y/o pigmentos de revestimientos.

35 Debido a un gran tamaño de partícula, a la presencia de impurezas decolorantes y al bajo brillo de este "carbonato de calcio de desecho de la molienda de pulpa", el uso de tal material, sin embargo, es prohibitivo, o se limita a cantidades muy bajas, si el brillo del producto de carbonato de calcio final debe mantenerse en un nivel suficientemente alto y el rendimiento de aplicación debe alcanzar el nivel de productos fabricados a partir de materias primas de alta calidad tales como rellenos de carbonato de calcio o pigmentos de revestimiento elaborados a partir de creta, caliza o mármol.

40 En consecuencia, sería altamente deseable un método para aumentar el brillo de los productos de carbonato de calcio que contienen carbonato de calcio recuperado de desechos, y en particular, de desechos de la molienda de pulpa, y convertir el material recuperado en rellenos minerales de carbonato de calcio y/o pigmentos de revestimiento que puedan usarse para aplicaciones típicas.

45 Los procesos de la técnica anterior se basan en el procesamiento del material de carbonato de calcio recuperado del desecho de la molienda de pulpa. Por ejemplo, la Solicitud de Patente de Brasil PI 0903782-9 describe un proceso donde el material de carbonato de calcio recuperado del proceso de caustificación de la industria de la celulosa se trata con ácido fosfórico a fin de mejorar y purificar tal material de carbonato de calcio.

La Patente Japonesa JP 6073690 A describe la preparación de un carbonato de calcio precipitado que tiene un área de superficie específica de por lo menos 6 m²/g. El dióxido de carbono de desecho y la cal de desecho producidos en las fábricas de elaboración de papel pueden utilizarse en la preparación de este PCC. En un ejemplo, se hizo reaccionar cal que contenía impurezas de óxidos metálicos trivalentes, a 50°C durante 1 hora, y el producto de reacción se pasó a través de un tamiz a fin de obtener la lechada de cal. A continuación, la lechada de cal se sometió al triturado en húmedo, y se diluyó para preparar una lechada de cal con una concentración de 8% en peso. Luego se sometió a la carbonatación, y se pasó nuevamente a través de un tamiz, de manera de obtener el carbonato de calcio precipitado.

La Solicitud WO 96/32354 A1 se refiere a un método para el tratamiento de material que contiene sólido, producido a partir de papel de desecho o un efluente de una planta para el tratamiento de papel o papel de desecho, o contenido en ellos, donde el material que contiene sólido incluye material orgánico y material de partículas inorgánico. El material que contiene sólido tratado por el método puede incluir carbonato de calcio, que es calcinado para formar óxido de calcio, y el óxido de calcio es convertido en hidróxido de calcio cuando se forma el óxido de calcio en una suspensión acuosa. La lechada de cal entonces es convertida en carbonato de calcio precipitado, mediante la introducción de dióxido de carbono. Este carbonato de calcio precipitado luego se usa para la precipitación de composiciones de revestimientos de papel. Ejemplos de materiales que comprenden el carbonato de calcio precipitado, al igual que otros minerales, como arcilla caolín, exhibieron un brillo ISO de 70.6 ó 75.5%.

La Solicitud WO 97/11030 A1 se relaciona con un método para la fabricación de carbonato de calcio de alta pureza, mediante la combinación de una fuente de óxido de calcio impuro o hidróxido de calcio con agua, para formar una suspensión acuosa. Los sólidos dentro de la suspensión se dejan asentar, de modo que se forma una solución saturada clara de hidróxido de calcio. Esta solución luego se hace reaccionar adicionalmente con dióxido de carbono a fin de obtener el carbonato de calcio precipitado de alta pureza. Sin embargo, no se menciona en ningún sitio en este documento que la lechada de cal formada puede usarse en una etapa de carbonatación posterior, sin la necesidad de eliminar cualquier impureza contenida en la lechada de cal.

La Solicitud de Patente Norteamericana US 2010/0000444 A1 describe, asimismo, un método para la producción de una composición que comprende carbonatos, donde el método comprende la utilización de fuentes de desecho de óxidos metálicos, como óxido de calcio o hidróxido de calcio. Una solución acuosa de cationes divalentes derivada de la fuente de desecho de óxidos metálicos se pone en contacto con dióxido de carbono y se somete a condiciones de precipitación, a fin de proporcionar las composiciones que comprenden carbonatos, tales como carbonato de calcio. El producto resultante puede usarse en materiales de construcción, tales como cemento. No se proporciona información relacionada con el brillo ISO, el área de superficie específica o la mediana de diámetro de partícula en peso, del carbonato de calcio resultante.

Las Solicitudes de Patente Europea EP 0 946 417 B1 y EP 0 815 175 B1 también describen métodos para la recuperación de calcio a partir de material de desecho o material cálcico natural contaminado, que, básicamente, comprenden las etapas de la provisión del compuesto de calcio en una forma soluble en ácido, tal como óxido de calcio y carbonato de calcio, la preparación de una suspensión acuosa del material de compuesto de calcio, y la carbonatación de la suspensión acuosa del material de compuesto de calcio, a fin de obtener carbonato de calcio precipitado. El carbonato de calcio reciclado de la Solicitud EP 0 815 175 B1 fue evaluado para establecer su desempeño en papel.

El Solicitante tiene conocimiento, además, de la Solicitud de Patente Europea EP 0 604 095 B1 y de la Solicitud de Patente Europea EP 1 052 227 B1, que describen métodos para la recuperación de subproductos de un proceso industrial en vista de la provisión de materiales agregados mixtos.

Finalmente, la Solicitud de Patente Europea EP 2 070 578 A1 se relaciona con el secuestro de dióxido de carbono mediante la reacción con desechos sólidos alcalinos que contienen hidróxido de calcio y/u óxido de calcio accesible. Debido a que el enfoque de esta invención fue el secuestro de dióxido de carbono, este documento no menciona las propiedades del carbonato de calcio precipitado resultantes.

Si bien existen numerosos documentos de la técnica anterior que describen el reciclado de carbonato de calcio, óxido de calcio o hidróxido de calcio a fin de obtener carbonato de calcio con buen brillo, existe aún la necesidad de la producción de carbonato de calcio de alta calidad con brillo mejorado, que pueda usarse en industrias tales como la fabricación de papel, pinturas, plásticos y otros.

En particular, no existe ninguna descripción que se relaciona con el procesamiento adicional del carbonato de calcio precipitado obtenido en varias etapas a partir del desecho, y en particular, del desecho de la molienda de pulpa, para la producción de partículas finas que puedan usarse como semillas para el depósito de material mineral de carbonato de calcio precipitado de alta calidad, sobre el sustrato de baja calidad obtenido a partir de recursos de desechos.

Objetivo de la invención

5 Por lo tanto, es un objetivo de la presente invención la provisión de un nuevo proceso para la producción de un producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado, a partir de un carbonato de ion metálico divalente recuperado del desecho, donde el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado tiene un brillo comparable o incluso mejorado, en comparación con otros productos de carbonato de ion metálico divalente precipitados obtenidos a partir de recursos de desechos producidos por procesos de la técnica anterior.

Aún un objetivo adicional de la presente invención es también la provisión de un proceso para la fabricación de un producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado, a partir de un carbonato de ion metálico divalente recuperado del desecho, que es más económico en comparación con los procesos descritos en la técnica anterior.

10 Estos y otros objetivos y ventajas serán mejor comprendidos en vista de la siguiente descripción detallada.

Breve descripción de las figuras

En las figuras:

La Fig. 1 es una fotomicrografía SEM de un carbonato de calcio de desecho, descargada de un proceso de recuperación de productos químicos de un molino de pulpa Kraft.

15 La Fig. 2 es una fotomicrografía SEM de un PCC con forma escalenoédrica que tiene una estructura de agregado de tipo roseta y elaborado de acuerdo con un proceso de carbonatación de la técnica anterior descrito en el Ejemplo 1.

La Fig. 3 es una fotomicrografía SEM de un PCC con forma escalenoédrica que tiene una estructura de agregado de tipo roseta y elaborado de acuerdo con esta invención, por el proceso que se describe en el Ejemplo 2;

20 La Fig. 4 es una fotomicrografía SEM de un PCC con forma escalenoédrica utilizado para el revestimiento, elaborado de acuerdo con esta invención por el proceso que se describe en el Ejemplo 5.

La Fig. 5 es un diagrama que muestra la vía del proceso del proceso de acuerdo con un proceso de la técnica anterior, conocido para el solicitante; y

La Fig. 6 es un diagrama que muestra la vía del proceso del proceso de acuerdo con la presente invención.

Descripción detallada de la invención

25 Todas las partes, los porcentajes y las relaciones que se utilizan en esta invención se expresan en peso de materia seca, a menos que se especifique lo contrario.

30 La presente invención apunta a la resolución de los objetivos descritos anteriormente, mediante la provisión de un proceso para la elaboración de un producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado a partir de un carbonato de ion metálico divalente recuperado a partir de desecho, donde el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado tiene un brillo comparable o incluso mejorado, en comparación con otros productos de carbonato de ion metálico divalente precipitados obtenidos a partir de recursos de desecho, y producidos por procesos de la técnica anterior, y como se describe en la presente invención y como se define en las reivindicaciones.

35 En vista de lo anterior, los inventores de la invención han hallado, sorprendentemente, que el brillo de rellenos minerales de carbonato de ion metálico divalente y/o pigmentos de revestimientos recuperados de recursos de desechos puede ser mejorado sustancialmente por un proceso que comprende las etapas de:

(a) la provisión de un material de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza, donde el material de carbonato de ion metálico divalente es recuperado a partir de desecho;

40 (b) la calcinación del material de carbonato de ion metálico divalente de la etapa (a), a fin de obtener un óxido de ion metálico divalente;

(c) el apagado del óxido de ion metálico divalente obtenido en la etapa (b) a fin de obtener una suspensión acuosa de un hidróxido de ion metálico divalente;

(d) la carbonatación de la suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente obtenido en la etapa (c), con un compuesto que contiene dióxido de carbono, a fin de obtener partículas finas de carbonato de ion metálico divalente

precipitado;

(e) el tratamiento posterior de las partículas finas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (d), de modo de obtener partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado;

5 (f) la mezcla de las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (e) con una suspensión acuosa de hidróxido de ion metálico divalente obtenida mediante el apagado de óxido de ion metálico divalente de alta pureza, a fin de obtener una mezcla de reacción resultante; y

(g) la carbonatación de la mezcla de reacción resultante de la etapa (f) a fin de obtener el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado que tiene brillo mejorado, en comparación con las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (d).

10 Asimismo, los inventores han hallado, de manera sorprendente, que por medio del proceso de acuerdo con la presente invención, la cantidad de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza en el producto precipitado final casi puede ser doblada, sin dañar el buen brillo del producto final resultante. Puede decirse que el brillo del producto final es aun mejorado, aunque tal producto contiene casi el doble de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza que el producto comparable conocido de la técnica anterior.

15 Para el propósito de la presente invención, el término “desecho” se define como materiales inorgánicos que quedan de un proceso de producción, o como material derivado del reciclado de un producto que contiene tales materiales inorgánicos, por ejemplo, material inorgánico derivado del reciclado de papel. Tales componentes del desecho tienen valor económico, y pueden ser reciclados, una vez recuperados correctamente. En la presente invención, el componente que tiene valor económico es un material de carbonato de ion metálico divalente, tal como un material
20 de carbonato de calcio, carbonato de magnesio, carbonato de berilio, carbonato de estroncio o carbonato de bario, y en particular, un material de carbonato de calcio, ya sea en forma natural, ya sea carbonato de calcio triturado (GCC, según sus siglas en inglés) (o natural), y/o carbonato de calcio precipitado (PCC), que también se conoce como carbonato de calcio sintético. El desecho puede ser todo desecho que contiene una cantidad esencial del material de carbonato de ion metálico divalente, y en especial, de material de carbonato de calcio, y es, por ejemplo, desecho
25 derivado de la industria de fabricación de papel y/o pulpa.

Una “suspensión acuosa”, con el significado de la presente invención, es una suspensión (que comprende sólidos esencialmente insolubles y agua, y opcionalmente, otros derivados), y habitualmente, tiene una mayor densidad que el líquido sin sólidos a partir del cual se forma.

30 El “área de superficie específica” (SSA, según sus siglas en inglés) o “área de superficie específica BET”, con el significado de la presente invención, se refiere al área de superficie específica medida por el método provisto en la sección de ejemplos a continuación.

“Carbonato de calcio molido” (GCC), con el significado de la presente invención, es un carbonato de calcio obtenido de fuentes naturales como mármol, creta o caliza, y procesado a través de un tratamiento tal como la molienda, el tamizado y/o fraccionamiento, en condiciones húmedas y/o secas, por ejemplo, por medio de un ciclón.

35 “Carbonato de calcio precipitado” (PCC), con el significado de la presente invención, es un material sintetizado, obtenido generalmente mediante la precipitación luego de una reacción de dióxido de carbono e hidróxido de calcio (cal hidratada) en un entorno acuoso, o mediante la precipitación de una fuente de calcio y una fuente de carbonato en agua. Además, el carbonato de calcio precipitado también puede ser el producto de la introducción de sales de calcio y carbonato, cloruro de calcio y carbonato de sodio, por ejemplo, en un entorno acuoso.

40 El término “brillo”, utilizado en el contexto de la presente invención, es una medición del porcentaje de luz difusa reflejada desde la superficie de un papel o un comprimido de polvo producido a partir de un pigmento. Un pigmento o una lámina más brillante reflejan más luz difusa. De acuerdo con esta solicitud, el brillo del papel o pigmento puede medirse a una longitud de onda de luz de 457 nm (R457), y se especifica en porcentaje.

45 Un “material de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza”, con el significado de la presente invención, es un carbonato de ion metálico divalente, tal como carbonato de calcio o carbonato de magnesio, que tiene un brillo ISO R457 inferior a alrededor de 90%, medido de acuerdo con ISO 2469.

Un “óxido de ion metálico divalente de alta pureza”, con el significado de la presente invención, es un óxido de ion metálico divalente, que tiene un brillo ISO R457 de por lo menos alrededor de 94%, medido de acuerdo con ISO 2469.

50 Un “producto compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho”, con el significado de la presente invención, se define como el producto de carbonato de calcio precipitado que se obtiene luego de la segunda etapa de carbonatación (etapa (g))

del proceso de la invención. Ambas expresiones se usan como sinónimos.

El término "tratamiento posterior", con el significado de la presente invención, se define como una etapa para la producción de las partículas separadas deseadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado. El tratamiento posterior es, en particular, una desaglomeración mecánica de los racimos o de los aglomerados en molinos de medios, o similar; o es una recristalización en una etapa de envejecimiento por calor o similar; o es una extracción de agua mecánica de alta presión seguida de la redispersión de la torta filtro.

La Fig. 5 ilustra un diagrama de flujo de proceso para la elaboración de un producto de carbonato de calcio a partir de un carbonato de desecho de la molienda de pulpa de acuerdo con un proceso de la técnica anterior, conocido para los inventores. En una primera etapa, el carbonato de calcio de desecho de la molienda de pulpa 10 se pone en contacto con agua, para formar una suspensión acuosa 12 del carbonato de calcio, y luego, se realiza la molienda en húmedo 14 del carbonato de calcio. El "carbonato de calcio de desecho" procesado de este modo tiene un brillo de 67.2%, medido de acuerdo con ISO 2469, y un área de superficie específica BET (SSA) de 14.9 m²/g. En paralelo, se apaga con agua la cal quemada de alta pureza (GaO) 18 para la producción de carbonato de calcio precipitado, a fin de obtener una suspensión acuosa resultante de hidróxido de calcio (la así denominada "lechada de cal") 20. La suspensión acuosa de hidróxido de calcio 20 es entonces combinada 16 con el "carbonato de calcio de desecho" obtenido por medio de la molienda en húmedo 14, y luego, la mezcla combinada 16 del "carbonato de calcio de desecho" y la suspensión acuosa de hidróxido de calcio se somete a una etapa de carbonatación 17 usando un compuesto que contiene dióxido de carbono, tal como dióxido de carbono o un gas que contiene dióxido de carbono. El producto final obtenido luego de esta etapa de carbonatación es un producto de carbonato de calcio 22 que contiene hasta 15% en peso del "carbonato de calcio de desecho", referido como el peso seco del producto final de carbonato de calcio. El producto final de carbonato de calcio tiene un brillo de 83.8%, medido de acuerdo con ISO 2469; un área de superficie específica BET (SSA) de 13.9 m²/g, y una mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 1.7 μ m conforme a Sedigraph 5100.

En contraste, la Fig. 6 ilustra un diagrama de flujo de proceso para la producción de un producto de carbonato de ion metálico divalente a partir de un carbonato de ion metálico divalente recuperado de desecho de acuerdo con el proceso de la invención.

En primer lugar, se provee un material de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza 10 (de aquí en adelante, referido como "material de carbonato de desecho" 10) recuperado a partir de desecho. El material de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza 10 es un material que tiene la fórmula $M^{2+}CO_3^{2-}$ (es decir, MCO_3), en donde M^{2+} es un ion de metal divalente seleccionado del grupo que comprende Be^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+} , y, preferentemente, es Mg^{2+} y Ca^{2+} , y con mayor preferencia, es Ca^{2+} .

En una primera etapa, el material de carbonato de desecho 10 se somete a una etapa de calcinación 24 a fin de obtener el correspondiente óxido de ion metálico divalente. En este sentido, el material de carbonato de desecho 10 se introduce en un hornillo u horno con un suministro opcional para gas que contiene oxígeno, y el hornillo u horno se calienta hasta una temperatura suficiente para convertir el material de carbonato de desecho 10 en el correspondiente óxido de ion metálico divalente. Para la calcinación del carbonato de calcio ($CaCO_3$), las temperaturas típicas se encuentran en un intervalo de 900 a 1300°C, y para el carbonato de magnesio ($MgCO_3$), las temperaturas típicas se encuentran en un intervalo de 800 a 1200°C. El óxido de ion metálico divalente es un material que tiene la fórmula $M^{2+}O^{2-}$ (es decir, MO), donde M^{2+} es un ion de metal divalente seleccionado del grupo que comprende Be^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+} , y preferentemente, es Mg^{2+} y Ca^{2+} , y con mayor preferencia, es Ca^{2+} .

El correspondiente óxido de ion metálico divalente obtenido es entonces sometido a una etapa de apagado 26. En este sentido, el óxido de ion metálico divalente se agrega a agua en un reactor agitado. Antes de la adición del óxido de ion metálico divalente, sin embargo, la temperatura del agua se ajusta a un intervalo de 30 a 90°C, preferentemente, a 70°C, y en forma opcional, pueden agregarse aditivos, tales como sal sódica de ácido cítrico. A continuación, la suspensión acuosa del óxido de ion metálico divalente se apaga con agitación continua, a fin de obtener una suspensión acuosa del correspondiente hidróxido de ion metálico divalente; en el caso de que el hidróxido sea hidróxido de calcio, esta suspensión, es la así denominada "lechada de cal". El hidróxido de ion metálico divalente es un material que tiene la fórmula $M^{2+}(OH)_2$ (es decir, $M(OH)_2$), donde M^{2+} es un ion de metal divalente seleccionado del grupo que comprende Be^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+} , y es, preferentemente, Mg^{2+} y Ca^{2+} , y con mayor preferencia, Ca^{2+} . La suspensión acuosa resultante del hidróxido de ion metálico divalente, preferentemente, tiene un contenido de sólidos en el intervalo de 5 a 30% en peso, sobre la base del peso seco del hidróxido de ion metálico divalente.

La suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente, que, opcionalmente, puede tamizarse, entonces se somete a una etapa de carbonatación 28 con un compuesto que contiene dióxido de carbono. El compuesto que contiene dióxido de carbono utilizado en la presente invención se selecciona de dióxido de carbono gaseoso, dióxido de carbono líquido, dióxido de carbono sólido y un gas que contiene dióxido de carbono, y preferentemente, el compuesto que contiene dióxido de carbono es una mezcla gaseosa de dióxido de carbono y otros gases, como gases de combustión que contienen dióxido de carbono, que escapan de procesos industriales como procesos de

- combustión o procesos de calcinación, o similares. Cuando se usa una mezcla gaseosa de dióxido de carbono y otros gases, el dióxido de carbono se presenta en el intervalo de 8 a alrededor de 99% en volumen, y preferentemente, en el intervalo de 10 a 25% en volumen, por ejemplo, 20% en volumen. Antes de la introducción del compuesto que contiene dióxido de carbono, se ajusta la temperatura de la suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente a un intervalo de 10 a 70°C, y más preferentemente, a un intervalo de 10 a 30°C, por ejemplo, 20°C. Asimismo, en forma opcional, pueden agregarse aditivos a la mezcla de reacción, tales como sacarosa, alcoholes de azúcares o ácido cítrico. A continuación, el compuesto que contiene dióxido de carbono se introduce en la suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente a un índice de 0.05 a 2 kg de CO₂/h por kg de Ca(OH)₂ seco, y preferentemente, entre 0.2 y 0.8 kg de CO₂/h por kg de Ca(OH)₂ seco, con agitación simultánea de la mezcla de reacción. El final de la reacción de carbonatación se alcanza cuando la conductividad eléctrica de la mezcla de reacción ha pasado por un nivel mínimo, y el pH de la suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente, que, en general, se encuentra en el intervalo de pH de 10 a 13, ha caído hasta un valor de 6 a 8, lo que indica que sustancialmente la totalidad del hidróxido de ion metálico divalente se ha convertido en el correspondiente carbonato de ion metálico divalente.
- La suspensión resultante de partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado, que consiste en racimos o aglomerados de partículas finas, es entonces procesada adicionalmente o tratada en una etapa de tratamiento posterior 30 de modo de obtener una suspensión de partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado. Puede aplicarse cualquier clase de tratamiento posterior para la desaglomeración conocido por el experto en la técnica, por ejemplo, la desaglomeración mecánica en molinos de medios o similar, la recristalización (maduración de Ostwald) en una etapa de envejecimiento por calor o similar, o la extracción de agua mecánica a alta presión seguida de la redispersión de la torta filtro, de manera de producir las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado deseadas.
- Por el término partículas separadas, el Solicitante quiere decir partículas que no son ni racimos, ni partículas agregadas, ni partículas aglomeradas.
- Las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado tienen la fórmula M²⁺CO₃²⁻ (es decir, MCO₃), donde M²⁺ es un ion de metal divalente seleccionado del grupo que comprende Be²⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺ y Ba²⁺, y preferentemente, es Mg²⁺ y Ca²⁺, y con mayor preferencia, es Ca²⁺. En el caso en donde las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado resultantes son partículas finas separadas de carbonato de calcio precipitado, tales partículas muestran un brillo de aproximadamente 70%, medido de acuerdo con ISO 2469, y un área de superficie específica BET (SSA) de alrededor de 30 m²/g.
- Las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado con el significado de la presente invención tienen un tamaño de partícula de >10 a 500 nm, preferentemente, en el intervalo de 50 a 200 nm, y un área de superficie específica de 5 a >15 m²/g, preferentemente, en el intervalo de 20 a 50 m²/g.
- En una etapa posterior, la suspensión obtenida de partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado se mezcla 32 con una suspensión acuosa de hidróxido de ion metálico divalente obtenida mediante el apagado 18 de óxido de ion metálico divalente de alta pureza 16 a fin de obtener una mezcla de reacción resultante. Puede usarse cualquier óxido de ion metálico divalente de alta pureza. Preferentemente, el óxido de ion metálico divalente de alta pureza se usa en forma seca, por ejemplo, CaO seco o MgO seco. El contenido sólido de las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado en la suspensión, habitualmente, depende del proceso seleccionado para el tratamiento posterior (por ejemplo, por desaglomeración mecánica o recristalización en una etapa de envejecimiento por calor) del carbonato de ion metálico divalente precipitado fino obtenido luego de la etapa de carbonatación 28, si bien, normalmente, se encuentra en un intervalo de 5 a 60% en peso, y preferentemente, en un intervalo de 10 a 40% en peso, sobre la base del peso total de la suspensión.
- En una etapa siguiente, la mezcla de reacción resultante de la suspensión acuosa de hidróxido de ion metálico divalente y el carbonato de ion metálico divalente precipitado fino se somete a una etapa de carbonatación adicional 34 con un compuesto que contiene dióxido de carbono. El compuesto que contiene dióxido de carbono utilizado en la presente invención se selecciona de dióxido de carbono gaseoso, dióxido de carbono líquido, dióxido de carbono sólido y un gas que contiene dióxido de carbono, y preferentemente, el compuesto que contiene dióxido de carbono es una mezcla gaseosa de dióxido de carbono y otros gases tales como gases de la combustión que contienen dióxido de carbono, que escapan de procesos industriales como procesos de combustión o procesos de calcinación, o similares. Cuando se usa una mezcla gaseosa de dióxido de carbono y otros gases, entonces el dióxido de carbono se presenta en el intervalo de 8 a alrededor de 99% en volumen, y preferentemente, en el intervalo de 10 a 25% en volumen, por ejemplo, 20% en volumen. Antes de la introducción del compuesto que contiene dióxido de carbono, se ajusta la temperatura de la mezcla de reacción resultante de la suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente y el carbonato de ion metálico divalente precipitado fino o ultrafino a un intervalo de 10 a 70°C, y más preferentemente, a un intervalo de 15 a 60°C, por ejemplo, 50°C. Asimismo, en forma opcional, pueden agregarse aditivos a la mezcla de reacción, tales como sacarosa, alcoholes de azúcares o ácido cítrico. A continuación, el compuesto que contiene dióxido de carbono se introduce en la mezcla de reacción resultante de la suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente y el carbonato de ion metálico divalente precipitado fino o

ultrafino, a un índice de 0.05 a 2 kg de CO₂/h por kg de Ca(OH)₂ seco, y preferentemente, entre 0.2 y 0.8 kg de CO₂/h por kg de Ca(OH)₂ seco, con agitación simultánea de la mezcla de reacción. El final de la reacción de carbonatación se alcanza cuando la conductividad eléctrica de la mezcla de reacción ha pasado por un nivel mínimo, y el pH de la suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente, que, en general, se encuentra en el intervalo de pH de 10 a 13, ha caído hasta un valor de 6 a 8, lo que indica que sustancialmente la totalidad del hidróxido de ion metálico divalente se ha convertido en el correspondiente carbonato de ion metálico divalente 36. El carbonato de ion metálico divalente precipitado 36 tiene la fórmula M²⁺CO₃²⁻ (es decir, MCO₃), donde M²⁺ es un ion metálico divalente seleccionado del grupo que comprende Be²⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺ y Ba²⁺, y preferentemente, es Mg²⁺ y Ca²⁺, y con mayor preferencia, es Ca²⁺.

En una modalidad de la presente invención, por lo menos parte del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido en la etapa (g) puede someterse a por lo menos una etapa de carbonatación adicional, donde al menos parte del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido en la etapa (g) es primero mezclado con una suspensión acuosa de hidróxido de ion metálico divalente obtenida mediante el apagado de óxido de ion metálico divalente de alta pureza de manera de lograr una mezcla de reacción resultante, y luego, la mezcla de reacción resultante se somete a la carbonatación. En consecuencia, es posible ajustar el brillo del producto final de acuerdo con la aplicación posterior del producto. En otras palabras, sometiendo el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido en la etapa (g) a por lo menos una etapa de carbonatación adicional, donde al menos parte del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido en la etapa (g) es primero mezclado con una suspensión acuosa de hidróxido de ion metálico divalente obtenido mediante el apagado del óxido de ion metálico divalente de alta pureza, de manera de obtener una mezcla de reacción resultante y luego, la mezcla de reacción resultante es sometida a la carbonatación, es posible lograr productos finales que tienen brillo más alto que el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido en la etapa (g).

Es posible además repetir la etapa de carbonatación (d) por lo menos una vez, antes de continuar con la etapa de tratamiento posterior (e).

En una realización preferida de acuerdo con la invención, las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (g) del proceso de la invención tienen un brillo ISO R457 en el intervalo de 88 a 94%, medido conforme a ISO 2469.

En una modalidad preferida adicional de acuerdo con la invención, las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (g) tienen un área de superficie específica (SSA) en el intervalo de 3 a 30 m²/g, preferentemente, en el intervalo de 5 a 20 m²/g, medida de acuerdo con el método BET usando ISO 9277.

Además, se prefiere que las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (g) tengan una mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} en el intervalo de 0.5 a 7 µm, preferentemente, en el intervalo de 0.8 a 5 µm, y más preferentemente, en el intervalo de 1 a 3 µm, medido usando un instrumento Sedigraph™, comercializado por la compañía MICROMERITICS.

En una modalidad adicional de la presente invención, el material de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza de la etapa (a) es, preferentemente, un material de carbonato de calcio, y el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado de la etapa (g) es carbonato de calcio precipitado. En este caso, el producto final obtenido es un producto de carbonato de calcio 36 que contiene hasta 50% en peso del "carbonato de calcio de desecho", sobre la base del peso seco del producto final de carbonato de calcio. El producto final de carbonato de calcio 36 tiene un brillo ISO R457 de 90.0%, medido de acuerdo con ISO 2469, un área de superficie específica BET (SSA) de 17.0 m²/g, y una mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de aproximadamente 1.5 µm.

Se observa que el % en peso del "carbonato de calcio de desecho" que contiene el producto final es de acuerdo con el brillo deseado del producto final y la pureza del "carbonato de calcio de desecho". En el presente caso, donde se usó un "carbonato de calcio de desecho" de muy baja pureza, solo hasta el 25% en peso de tal "carbonato de calcio de desecho" puede estar contenido en el producto de carbonato de calcio 36, para un brillo mínimo especificado de 90% R457, conforme a ISO 2469.

Sin intención de limitarse a ninguna teoría, se cree que en esta etapa de carbonatación adicional 34, las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado actúan como material de siembra para la precipitación del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado 36 formado mediante la reacción del compuesto que contiene dióxido de carbono y el hidróxido divalente de alta pureza en esta etapa de carbonatación adicional. El carbonato de ion metálico divalente precipitado derivado del hidróxido de ion metálico divalente de alta pureza crece como "caparazón" alrededor de las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado ("núcleo") que tienen baja pureza y bajo brillo. De esta manera, los presentes inventores obtuvieron un producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado que tiene brillo mejorado, en comparación con las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa de primera carbonatación 28, y en comparación con los productos de carbonato de calcio precipitado obtenidos a partir de materiales de desecho que

contienen compuesto de calcio en procesos de la técnica anterior.

Si es necesario, la suspensión acuosa que comprende el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado de la etapa (g) (o que comprende el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado de por lo menos una etapa de carbonatación adicional luego de la etapa (g)) puede someterse a etapas adicionales de tratamiento posterior 38 que comprenden, entre otras, la separación, filtración, concentración y el secado a fin de obtener carbonato de calcio precipitado seco. Se observa que, en particular, la etapa de concentración es muy útil, ya que, de este modo, puede obtenerse una suspensión acuosa con un contenido de sólidos del producto final de carbonato de ion metálico divalente precipitado en un intervalo de 40 a 80% en peso, sobre la base del peso total de la suspensión acuosa, que, preferentemente, se usa en aplicaciones posteriores tales como aplicaciones de revestimiento de cartón o papel.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos tienen la intención de ilustrar ciertas modalidades de la invención, y se entiende que no son limitativos para la invención, de manera alguna.

Para el propósito de la presente invención, el valor del parámetro d_{50} (%) se obtiene por medio de mediciones del tamaño de partícula para las cuales, respectivamente, el 50% en masa de las partículas tienen un diámetro inferior o igual a este valor.

El termino p/p se refiere a la fracción en masa de un material, y se define como la fracción del material con masa m_{mat} a la masa de la mezcla total m_{tot} .

Métodos de medición:

Medición de pH de la suspensión

El pH de una suspensión se mide a 25°C usando un medidor de pH Mettler Toledo Seven Easy y un electrodo de pH Mettler Toledo InLab® Expert Pro.

Se efectuó, en primer lugar, una calibración de tres puntos (de acuerdo con el método de segmento) del instrumento, usando soluciones reguladoras comerciales (de Aldrich) con valores de pH de 4, 7 y 10 a 20°C.

Los valores informados de pH son los valores de criterio de valoración detectados por el instrumento (donde el criterio de valoración es el punto cuando la señal medida difiere por menos de 0.1 mV del promedio durante los últimos (previos) 6 segundos).

Área de superficie específica BET

El área de superficie específica BET (también designada SSA) se determinó de acuerdo con ISO 9277 usando un instrumento Tristar II 3020 comercializado por la compañía MICROMERITICS™.

Distribución de tamaño de partícula (% en masa de partículas con un diámetro $<X$ μm) y mediana en peso de diámetro de partícula (d_{50}) del material de partículas (d_{50} (μm)).

Sedigraph™ 5100

La mediana en peso de diámetro de partícula y la distribución en masa de diámetro de partícula de un material de partículas se determinaron mediante el método de sedimentación, es decir, un análisis del comportamiento de sedimentación en un campo gravimétrico. La medición se efectuó con un instrumento Sedigraph™ 5100 comercializado por la compañía MICROMERITICS™.

El método y el instrumento son conocidos por el experto en la técnica, y se emplean comúnmente para la determinación del tamaño de partícula de rellenos y pigmentos. Se prepararon muestras mediante la adición de una cantidad del producto correspondiente a 4 g de PCC seco, a 60 ml de una solución acuosa de 0.1% en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras se dispersaron durante 3 minutos empleando una agitadora a alta velocidad (Polytron PT 3000/3100 a 15,000 r. p. m.), y luego se sometieron a ultrasonido mediante un baño ultrasónico durante 15 minutos; a continuación, se agregaron a la cámara de mezcla del instrumento Sedigraph.

Medición de viscosidad

La viscosidad Brookfield se midió luego de 1 minuto de agitación empleando un viscosímetro modelo RVT

Brookfield™ a una temperatura de 20°C y una velocidad de rotación de 100 r. p. m. (revoluciones por minuto), con el husillo de disco apropiado 2, 3 ó 4.

Peso de sólidos (% en peso) de un material en suspensión.

5 El peso de sólidos (también denominado contenido de sólidos de un material) se determinó mediante la división del peso del material sólido por el peso total de la suspensión acuosa.

El peso del material sólido se determinó pesando el material sólido obtenido mediante la evaporación de la fase acuosa de la suspensión, y secando el material obtenido hasta un peso constante.

Medición del brillo e índice de amarillo

10 El brillo del pigmento y el índice de amarillo de las partículas obtenidas se midieron usando un instrumento ELREPHO 450x de la compañía Datacolor, de acuerdo con ISO 2469 y DIN 6167, respectivamente.

Las muestras se secaron en un horno a 105°C hasta un contenido de humedad residual de <0.5% en peso, y el polvo resultante se trató a fin de desaglomerar las partículas de polvo. A partir de 12 g de tal polvo, se prensó un comprimido mediante la aplicación de 400 kPa (4 bar) de presión durante 15 s. El comprimido de polvo resultante con un diámetro de 45 mm se sometió entonces a la medición.

15 En la presente medición, el índice de amarillo se midió por medio de la medición del reflejo del producto de carbonato de calcio precipitado obtenido, donde la fuente de iluminación utilizada fue D 65, y la función de observador modelo fue 10°.

El índice de Amarillo de acuerdo con DIN 6167 se calcula de la siguiente manera:

$$20 \quad YI \text{ (DIN 6167)} = \frac{a \times X - b \times Z}{Y} \times 100$$

en donde X, Y y Z son los valores triestímulos CIE, y los coeficientes dependen de la fuente de iluminación y la función de observador como se indica en la Tabla a continuación.

Fuente de iluminación	D65
Observador	10°
a	1.301
b	1.149

25 Medición de rugosidad de PPS

30 La rugosidad de Parker Print-Surf se determinó de acuerdo con ISO 8791-4: 2007, y se especifica en µm. La rugosidad de PPS se obtiene mediante la medición del flujo de aire sobre la superficie de una lámina de papel, es decir, en el plano xy. La medición se llevó a cabo con un aparato de medición definido, con una presión definida de la instalación de medición a la superficie del papel, y con una placa de caucho definida sobre el lateral del papel contrario; los valores resultantes se calculan a partir de las diferencias de presión, y describen el ancho de la ranura que permite el paso de aire entre la instalación de medición y la superficie del papel.

A. Producción de carbonato de calcio precipitado a partir de desecho de la molienda de pulpa

Ejemplo 1 - Ejemplo comparativo

35 Este ejemplo describe un proceso de la técnica anterior, para la producción de un producto de carbonato de calcio iniciando a partir de carbonato de calcio obtenido del desecho de la molienda de pulpa, donde el carbonato de calcio obtenido del desecho de la molienda de pulpa es molido en húmedo, y luego, utilizado en una reacción de

carbonatación junto con una suspensión acuosa de hidróxido de calcio de alta pureza.

CaCO₃ de desecho de baja pureza, descargado de un proceso de recuperación de productos químicos de la molienda de pulpa Kraft, se obtuvo de Klabin Papeis S. A., Telemaco Borba mill (Brasil). Se agregaron 845 kg de dicho CaCO₃ de desecho que contenía 75.9% p/p de materia seca, a 300 litros de agua corriente a 20°C provista en un recipiente de reducción agitado de 700 litros, equipado con una placa de disolución. Antes de la adición de CaCO₃ de desecho, se agregaron al agua 20.7 kg de un agente de dispersión apropiado bien conocido por el experto en la técnica, como auxiliar de dispersión. El CaCO₃ de desecho se convirtió (se redujo) en una suspensión acuosa del CaCO₃ de desecho mediante la introducción de la torta húmeda bajo agitación vigorosa. La suspensión acuosa del CaCO₃ de desecho tuvo un contenido de sólidos del 56.2% en peso.

La suspensión acuosa obtenida del CaCO₃ de desecho fue entonces molida en húmedo en dos pases, en un molino de cuentas vertical de 50 litros que se llenó con 96 kg de cuentas de molienda de óxido de zirconio que comprendían ceria, de 1.0 mm de diámetro (pase 1) y 0.45 mm de diámetro (pase 2), respectivamente. A fin de obtener una fineza objetivo final de aproximadamente 83% de las partículas con una mediana en peso de tamaño de partícula de <1 µm (medido usando un instrumento Sedigraph 5100), se requirió una energía de molienda específica total de 156 kWh/DMT (DMT = tonelada métrica seca). Antes de la molienda en húmedo, se agregó a la alimentación del molino una cantidad adicional de 12.4 kg de un agente de dispersión apropiado bien conocido por el experto en la técnica.

Se agregaron 200 kg de cal viva CaO de alta pureza grado PCC (Kalkwerk LEUBE, Golling/Austria) a 1700 litros de agua corriente a 50°C, en un reactor de apagado agitado. Antes del apagado, se agregaron 0.66 kg de una solución acuosa al 30% p/p de citrato de sodio, al agua de apagado. La cal viva se apagó durante 30 minutos con agitación continua, y la suspensión resultante de hidróxido de calcio ("lechada de cal") se ajustó a un contenido de sólidos de 13.7% mediante la dilución de la lechada de cal con agua a 60°C, y luego se tamizó en un tamiz de 200 µm de modo de eliminar los granos.

Se llevó a cabo la carbonatación en un reactor de acero inoxidable cilíndrico de 2000 litros con deflectores, equipado con una agitadora gasificante, un tubo de carbonatación de acero inoxidable para dirigir una corriente de gas de dióxido de carbono/aire hacia el impulsor, y sondas para el control del pH y la conductividad de la suspensión. Se agregaron al carbonatador 71 litros de tal suspensión de CaCO₃ de desecho molida en húmedo, que contenía 55.9% p/p de materia seca de CaCO₃ de desecho, y se mezclaron con 1679 litros de la suspensión acuosa al 13.7% p/p de hidróxido de calcio obtenida en la etapa de apagado como se describe con anterioridad. La temperatura de la mezcla de reacción se ajustó a 50°C. Se hizo bullir entonces un gas de 20% en volumen de CO₂ en aire en forma ascendente a través de la mezcla de reacción, con un flujo volumétrico estándar de 200 m³/h (flujo volumétrico estándar definido en DIN 1343, a una temperatura de 0°C (273.15 K), 101.325 kPa, y una humedad relativa de 0%) con agitación vigorosa. Durante la carbonatación, la temperatura de la mezcla de reacción no se controló, y se dejó elevar debido al calor generado en la reacción de precipitación exotérmica. La carbonatación se mantuvo hasta que la conductividad eléctrica cayó repentinamente y pasó a un mínimo, de manera de indicar que la carbonatación estaba sustancialmente completa. La introducción del gas que contenía CO₂ continuó durante otros 10 minutos, antes de detener la introducción del gas. El tiempo de carbonatación, calculado desde el inicio de la introducción de gas hasta el momento de mínima conductividad, fue de 97 minutos. La mezcla de reacción entonces se tamizó en un tamiz de 45 µm, y el producto tamizado se recuperó como una suspensión acuosa de CaCO₃. Sobre la base de la materia seca total de CaCO₃ en el producto obtenido compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho, la parte de CaCO₃ de desecho del molino de pulpa de baja pureza fue del 15.6% p/p. El brillo ISO R457 del producto obtenido compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho fue de 83.8%.

Las propiedades físicas del producto obtenido en el proceso que se describe en el Ejemplo 1 se proporcionan en la Tabla 1, a continuación.

Ejemplo 2. Ejemplo de la invención

Este ejemplo se refiere al proceso de la invención, para la producción de un producto de carbonato de calcio iniciando a partir de carbonato de calcio obtenido del desecho de la molienda de pulpa, donde el carbonato de calcio obtenido del desecho de la molienda de pulpa es calcinado para obtener una cal de desecho de molienda de pulpa (CaO), es apagado, y la lechada de cal resultante es posteriormente carbonatada y procesada, de modo de obtener un carbonato de calcio de desecho precipitado (PCC) de molino de pulpa particular, que caracteriza partículas separadas ultrafinas. El material resultante es entonces sometido a una reacción de carbonatación junto con una suspensión acuosa de hidróxido de calcio de alta pureza (así denominada "lechada de cal").

El CaCO₃ de desecho de baja pureza del Ejemplo 1, que habitualmente es descargado del proceso de recuperación de productos químicos del molino de pulpa Kraft de Klabin Papeis S. A., Telemaco Borba Mill, se calcinó a una temperatura en un intervalo de 900 a 1300°C, en un horno giratorio, y se pre-trituró en un molino de martillos, de manera de obtener un CaO de desecho de molino de pulpa de baja pureza. Se agregaron 200 kg de este CaO de desecho (cal viva) a 1800 litros de agua corriente a 70°C en un reactor de apagado agitado. La cal viva se apagó

durante 30 minutos con agitación continua, y la suspensión acuosa resultante se recuperó como una suspensión acuosa de hidróxido de calcio ("lechada de cal de desecho"). Se agregaron al carbonatador 1800 litros de la lechada de cal de desecho, y la temperatura de la lechada de cal de desecho se ajustó a 20°C. Antes de la carbonatación, se agregaron 1.3 litros de una solución acuosa al 70% p/p de un alcohol de azúcar (Sorbitol 80%, Brenntag CEE GmbH).

La carbonatación se llevó a cabo de la misma manera que la descrita en el Ejemplo 1. El tiempo de la carbonatación, calculado desde el inicio de la introducción de gas hasta el momento del mínimo de conductividad, fue de 54 minutos. La mezcla de reacción entonces se tamizó en un tamiz de 45 µm y se extrajo el agua mecánicamente en una centrifuga decantadora (KHD Humboldt Wedag AG, Tipo SC 01). La torta filtro descargada de la centrifuga entonces se redispersó con agua y se convirtió (se redujo) en una suspensión acuosa que contenía 30.4% p/p de materia seca de "PCC de desecho de molino de pulpa". Durante la reducción de la suspensión, se agregó una cantidad adecuada de un agente de dispersión apropiado bien conocido para el experto en la técnica. Esta suspensión de "PCC de desecho de molino de pulpa" que contenía 30.4% p/p de sólidos se pasó entonces a través de un molino de media vertical equipado con cuentas de molienda de óxido de zirconio que comprendían ceria, de 0.4-0.7 mm, para la desaglomeración. La entrada de energía específica durante el procesamiento en el molino de media fue de 74 kWh/DMT de CaCO₃ (DMT =tonelada métrica seca). La suspensión acuosa descargada del molino de medio que contenía 29.7% p/p de materia seca de CaCO₃ se recuperó como una suspensión acuosa de "PCC de desecho de molino de pulpa procesado", para ser utilizada como material de siembra en la carbonatación descrita a continuación. La estructura del material, determinada en la micrografía SEM, consistió en partículas separadas ultrafinas de carbonato de calcio precipitado (PCC) con tamaños de partícula primarios (determinados a partir del SEM) de aproximadamente 50 a 200 nm.

Se agregaron 200 kg de cal viva CaO de alta pureza grado PCC (Kalkwerk LEUBE, Gallung/Austria) a 1700 litros de agua corriente a 50°C, en un reactor de apagado agitado. Antes del apagado, se agregaron 0.66 kg de una solución acuosa al 30% p/p de citrato de sodio, al agua de apagado. La cal viva se apagó durante 30 minutos con agitación continua, y la suspensión resultante de hidróxido de calcio ("lechada de cal") se ajustó a un contenido de sólidos de 113.3% mediante la dilución de la lechada de cal con agua a 60°C, y luego se tamizó en un tamiz de 200 µm de manera de eliminar los granos.

Se llevó a cabo la carbonatación en un reactor de acero inoxidable cilíndrico de 2000 litros con deflectores, equipado con una agitadora gasificante, un tubo de carbonatación de acero inoxidable para dirigir una corriente de gas de dióxido de carbono/aire hacia el impulsor, y sondas para el control del pH y la conductividad de la suspensión. Se agregaron al carbonatador 250 litros de la suspensión de "PCC de desecho de molino de pulpa procesado", que contenía 29.7% p/p de sólidos, y obtenida en el proceso que se describe con anterioridad, y se mezclaron con 1550 litros de la suspensión acuosa al 13.3% p/p de hidróxido de calcio obtenida en la etapa de apagado como se describe anteriormente. La temperatura de la mezcla de reacción se ajustó a 50°C. Se hizo bullir entonces un gas de 20% en volumen de CO₂ en aire en forma ascendente a través de la mezcla de reacción, con un flujo volumétrico estándar de 200 m³/h (flujo volumétrico estándar definido en DIN 1343, a una temperatura de 0°C (273.15 K), 101.325 kPa, y una humedad relativa de 0%) con agitación vigorosa. Durante la carbonatación, la temperatura de la mezcla de reacción no se controló, y se dejó elevar debido al calor generado en la reacción de precipitación exotérmica. La carbonatación se mantuvo hasta que la conductividad eléctrica cayó repentinamente y pasó a un mínimo, de manera de indicar que la carbonatación estaba sustancialmente completa. La introducción del gas que contenía CO₂ continuó durante otros 10 minutos, antes de detener la introducción del gas. El tiempo de carbonatación, calculado desde el inicio de la introducción de gas hasta el momento de mínima conductividad, fue de 86 minutos. La mezcla de reacción entonces se tamizó en un tamiz de 45 µm, y el producto tamizado se recuperó como una suspensión acuosa de CaCO₃. Sobre la base de la materia seca total de CaCO₃ en el producto obtenido compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho, la parte de CaCO₃ de desecho del molino de pulpa de baja pureza original fue del 23.5% p/p. El brillo ISO R457 del producto obtenido compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho fue de 90.0%.

Las propiedades físicas del producto obtenido por el proceso de acuerdo con la invención como se describe anteriormente se citan en la Tabla 1.

Ejemplo 3 - Ejemplo comparativo

Este ejemplo se refiere a un proceso de la técnica anterior para la elaboración de un producto de carbonato de calcio iniciando a partir de carbonato de calcio obtenido del desecho de molino de pulpa, donde el carbonato de calcio obtenido del desecho de molino de pulpa es calcinado para obtener una cal de desecho de molino de pulpa (CaO). La cal de desecho de molino de pulpa luego se mezcla con cal viva de alta pureza de grado PCC, se apaga, y la mezcla de lechada de cal resultante entonces se usa en una reacción de carbonatación.

El CaCO₃ de desecho de baja pureza del Ejemplo 1, que, habitualmente, es descargado del proceso de recuperación de productos químicos del molino de pulpa Kraft de Klabin Papeis S. A., Telemaco Borba Mill, se calcina en un horno giratorio a una temperatura en un intervalo de 900 a 1300°C, y se pre-trituró en un molino de

martillos, de manera de obtener un CaO de desecho de molino de pulpa de baja pureza. Se mezclaron 30 kg de este CaO de desecho con 170 kg de una cal viva CaO de alta pureza de grado PCC (Lhoist Belocal, Arcos MG/Brasil), y esta mezcla de cal se agregó a 1700 litros de agua corriente a 60°C en un reactor de apagado agitado. Antes del apagado, se agregaron 0.80 kg de una solución acuosa al 30% p/p de citrato de sodio, al agua de apagado. La cal viva se apagó durante 30 minutos con agitación continua, y la suspensión resultante de hidróxido de calcio ("lechada de cal") se ajustó hasta un contenido de sólidos del 13.6% mediante la dilución de la lechada de cal con agua a 60°C, y luego se tamizó en un tamiz de 200 µm de modo de eliminar los granos. Se agregaron 1800 litros de la lechada de cal al carbonatador, y se ajustó la temperatura de la lechada de cal a 50°C.

Se llevó a cabo la carbonatación en un reactor de acero inoxidable cilíndrico de 2000 litros con deflectores, equipado con una agitadora gasificante, un tubo de carbonatación de acero inoxidable para dirigir una corriente de gas de dióxido de carbono/aire hacia el impulsor, y sondas para el control del pH y la conductividad de la suspensión. Se hizo bullir entonces un gas de 20% en volumen de CO₂ en aire en forma ascendente a través de la mezcla de reacción, con un flujo volumétrico estándar de 200 m³/h (flujo volumétrico estándar definido en DIN 1343, a una temperatura de 0°C (273.15 K), 101.325 kPa, y una humedad relativa de 0%) con agitación vigorosa. Durante la carbonatación, la temperatura de la mezcla de reacción no se controló, y se dejó elevar debido al calor generado en la reacción de precipitación exotérmica. La carbonatación se mantuvo hasta que la conductividad eléctrica cayó repentinamente y pasó a un mínimo, de manera de indicar que la carbonatación estaba sustancialmente completa. La introducción del gas que contenía CO₂ continuó durante otros 10 minutos, antes de detener la introducción del gas. El tiempo de carbonatación, calculado desde el inicio de la introducción de gas hasta el momento de mínima conductividad, fue de 84 minutos. La mezcla de reacción entonces se tamizó en un tamiz de 45 µm, y el producto tamizado se recuperó como una suspensión acuosa de CaCO₃. Sobre la base de la materia seca total de CaCO₃ en el producto obtenido compuesto de PCC, la parte de CaCO₃ de desecho del molino de pulpa de baja pureza original fue del 15.0% p/p. El brillo ISO R457 del producto obtenido compuesto de PCC fue de 90.6%.

Las propiedades físicas del producto obtenido en el proceso que se describe en el Ejemplo 3 se citan en la Tabla 1.

B. Uso del carbonato de calcio precipitado obtenido en ensayos de revestimiento.

Los siguientes ejemplos demuestran el uso del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido de acuerdo con el proceso de la invención, como un pigmento en formulaciones de pre-revestimiento.

En primer lugar, la suspensión acuosa de producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado que tiene un contenido de sólidos en el intervalo de 10 a 30% en peso, sobre la base del peso total de la suspensión acuosa, se concentró a fin de tener un contenido de sólidos final en el intervalo de 40 a 80% en peso, preferentemente, en el intervalo de 50 a 75% en peso, y más preferentemente, en el intervalo de 60 a 75% en peso. La concentración puede lograrse por cualquier método conocido por el experto en la técnica, tal como la concentración térmica, la extracción de agua parcial, y similares. Sin embargo, una manera alternativa para obtener el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado de suspensión, con un contenido de sólidos en el intervalo de 40 a 80% en peso, sobre la base del peso total de la suspensión acuosa, es la extracción de agua del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado de suspensión acuosa que tiene un contenido de sólidos en el intervalo de 10 a 30% en peso, mediante el uso de una prensa filtro o medio similar, y la redispersión del residuo del secado obtenido de producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado en una cantidad de líquido suficiente para producir una suspensión acuosa del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado con un contenido de sólidos en el intervalo de 40 a 80% en peso.

Esto se describe en detalle a continuación en los Ejemplos 4 y 5 para los productos obtenidos en los Ejemplos 2 y 3, respectivamente.

Ejemplo 4 - Ejemplo comparativo.

El producto compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho obtenido en el proceso de la técnica anterior que se describe en el Ejemplo 3 se sometió a la extracción de agua mecánica en una prensa filtro, y la torta filtro descargada se redispersó, en presencia de una cantidad adecuada de un agente de dispersión apropiado bien conocido por el experto en la técnica, en una mezcladora de alto corte, de modo de obtener una suspensión de alto contenido de sólidos que puede usarse como un pigmento de revestimiento. El producto después de la conversión (reducción) se recuperó como una suspensión acuosa que contenía 72.8% de materia seca del producto compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho (es decir, una suspensión acuosa de alto contenido de sólidos).

Las propiedades físicas del producto obtenido en el proceso que se describe en el Ejemplo 4 se citan en la Tabla 1.

Ejemplo 5 - Ejemplo de la invención

El producto compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho obtenido en el proceso de la invención descrito en el Ejemplo 2

se sometió a la extracción de agua mecánica en una prensa filtro, y la torta filtro descargada se redispersó en una mezcladora de alto corte de modo de obtener una suspensión acuosa de alto contenido de sólidos que puede usarse como un pigmento de revestimiento. Durante la conversión de la torta filtro en la suspensión acuosa (reducción de suspensión acuosa), se agregó una cantidad adecuada de un agente de dispersión apropiado bien conocido por el experto en la técnica. El producto después de la conversión (reducción) se recuperó como una suspensión acuosa que contenía 66.8% de materia seca del producto compuesto de PCC/CaCO₃ de desecho.

Las propiedades físicas del producto obtenido en el proceso que se describe en el Ejemplo 5 se citan en la Tabla 1, y la micrografía SEM se describe en la Fig. 4.

En ensayos de revestimiento pilotos, los pigmentos de revestimiento compuestos de PCC/CaCO₃ de desecho obtenidos en los Ejemplos 4 (técnica anterior) y 5 (invención) se evaluaron en formulaciones de pre-revestimiento de Cartón de Envasado de Liquido (LPB, según sus siglas en inglés) y se compararon con pigmentos de revestimiento del estado de la técnica utilizados habitualmente para tal aplicación.

Empleando los productos obtenidos en el Ejemplo 4 (técnica anterior) y el Ejemplo 5 (invención), descritos anteriormente, se prepararon una primera y una segunda formulaciones de pre-revestimiento (Ensayos M8 y M9). Además, se prepararon también una primera y una segunda formulaciones de pre-revestimiento que no contenían ningún PCC de desecho, con propósitos de comparación (Ensayo Nro. 1).

En los Ensayos Nro. 2 (invención) y Nro. 3 (técnica anterior), cada primera formulación de pre-revestimiento también contenía un látex, un espesador sintético y un entrecruzador, además del PCC de desecho específico. La segunda formulación de pre-revestimiento también contenía un látex, carboximetil celulosa (CMC), un entrecruzador y un estearato de calcio (Ca-estearato), además del PCC de desecho específico.

Las composiciones de la primera y la segunda formulaciones de pre-revestimiento se citan en la Tabla 2.

Concepto de revestimiento

Los ensayos de revestimiento piloto se llevaron a cabo a 400 m/min con el propósito de evaluar el efecto de las diferentes formulaciones de revestimiento sobre las propiedades de un cartón de envasado pre-revestido doble.

Se usó una prensa de tamaño medido para revestir un cartón de base de envasado que tenía un gramaje de 298 g/m², un brillo de 76.5% y una rugosidad de PPS de 5.8 µm, con un primer pre-revestimiento que tenía un peso de revestimiento de 4 g/m². La vara utilizada tenía ranuras, y un diámetro de 12 mm.

En una siguiente etapa, se aplicó el segundo pre-revestimiento sobre el primer pre-revestimiento, usando una aplicación de chorro con una hoja de cuchilla curvada de 0.38 mm de grosor. El peso del revestimiento aplicado fue de 10 g/m².

Mediante el uso de una hoja de cuchilla curvada al igual que una prensa de tamaño medido se logran una buena cobertura y una superficie lisa para la buena capacidad de impresión. La hoja de cuchilla curvada opera como una unidad medidora de lubricación y, además, favorece el revestimiento de contornos mediante la compresión de la superficie debajo del revestimiento aplicado, de manera de lograr una superficie lisa, mientras que la prensa de tamaño medido aplica un revestimiento de contorno típico para la mejorada cobertura.

Las formulaciones, los métodos y las condiciones empleados, al igual que los resultados, se citan en la Tabla 2.

Tabla 1: Propiedades físicas de los carbonatos de calcio precipitados obtenidos de acuerdo con el método de la técnica anterior y de acuerdo con la presente invención.

Ejemplo	1 Técnica Anterior	2 Invención	3 Técnica Anterior	4 Técnica Anterior PCC Exp. 3	5 Invención PCC Exp. 2
Nombre del producto para ensayos de recubrimiento piloto					
Parte de CaCO_3 [% seco/seco] desecho molino de pulpa	15.0	23.5	15.0	15.0	23.5
Área de superficie específica BET [m^2/g]	13.9	17.0	3.9	5.7	18.7
PSD Sedigraph 5100					
<5 μm [%]	99	98	39	96	97
<2 μm [%]	73	81	11	82	89
<1 μm [%]	9	9	3	54	41
<0.5 μm [%]	2	3		14	20
<0 μm [%]		3		3	13
d_{50} [μm]	1.67	1.54	6.48	0.94	1.12
Brillo (DIN 53140)					
R457 (ISO 2469) [%]	83.8	90.0	90.6	91.5	89.7
Índice de amarillo (DIN 6167) [-]	0.3	4.0	4.4	3.5	3.7
Contenido de sólidos [%]	18.7	18.4	15.5	72.8	66.8
Viscosidad (Brookfield 100 rpm) [mPas]	30	30	20	180	560
pH Suspensión [-]	7.6	7.4	7.1	9.3	9.6

De la Tabla 1 es claro que el producto de carbonato de calcio precipitado obtenido por el proceso de acuerdo con la invención muestra una brillantez comparable (comparada con el Ejemplo 1) o aún mejor brillantez (comparada con el Ejemplo 3) que un carbonato de calcio precipitado obtenido mediante los procesos de la técnica anterior.

- 5 Tabla 2: Información y resultados de ensayos de revestimiento piloto que comprenden formulaciones que contienen productos de carbonato de calcio obtenidos de acuerdo con métodos de la técnica anterior (M1, M9) y de acuerdo con la presente invención (M8).

Ensayo Nro.			1 Técnica anterior	2 Invención	3 Técnica anterior
Cartón base	Gramaje	[g/m ²]	298		
	Brillo R457 + UV	[%]	76.5		
	Rugosidad de PPS	[μm]	5.8		
1er. pre-revestimiento	Peso revestimiento	[g/m ²]	4		
	Aplicación		Prensa tamaño medidora (MSP)		
	Diámetro de vara/tipo		12 mm/ranuras		
	Velocidad de máquina	[m/min]	400		
Formulación	Hidrocarb. 60-ME 78% ^[1]	[partes]	100	30	30
	PCC Exp. 2	[partes]	-	70	-
	PCC Exp. 3	[partes]	-	-	70
	Látex ^[3]	[pph] ^[2]	13	13	13
	Espesador sintético ^[4]	[pph] ^[2]	0.5	0.5	0.5
	Entrecruzador ^[5]	[pph] ^[2]	0.7	0.7	0.7
	Sólidos de revestimiento ^[6]	[%]	60.5	60.6	60.4
2º. pre-revestimiento	Peso de revestimiento	[g/m ²]	10		
	Aplicación		Aplicación de chorro		
	Operación cuchilla/espesor		Hoja de cuchilla curvada/0.38 mm		
	Velocidad de máquina	[m/min]	400		
Formulación	Hidrocarb. 90-ME 78% ^[7]	[partes]	70	21	21
	Arcilla Century ^[8]	[partes]	30	30	30
	PCC Exp. 2	[partes]	-	49	-
	PCC Exp. 3	[partes]	-	-	49
	Látex ^[3]	[pph] ^[2]	15	15	15
	Carboximetil celulosa ^[9]	[pph] ^[2]	0.97	0.97	0.97
	Entrecruzador ^[5]	[pph] ^[2]	1.1	1.1	1.1
	Ca-Estearato ^[10]	[pph] ^[2]	1.1	1.1	1.1
	Sólidos de revestim. ^[6]	[%]	62.8	62.7	62.7

Ensayo Nro.				1	2	3
				Técnica anterior	Invencción	Técnica anterior
Cartón pre-revestido	Gramaje	[g/m ²]		313	311	311
	Brillo R457 + UV	[%]		81.6	81.7	81.5
	Rugosidad de PPS	[µm]		3.08	2.59	2.63
[1] Pigmento de revestimiento de carbonato de calcio natural; puede obtenerse en Omya AG, Oftringen, Suiza. [2] Cantidad en partes por cien por masa seca; se refiere a la cantidad total de materia seca de pigmentos en la formulación, que se define como 100 partes. [3] Styronal 517, aglutinante de látex; puede obtenerse en BASF AG, Ludwigshafen, Alemania. [4] Sterocoll FS, espesador sintético; puede obtenerse en BASF AG, Ludwigshafen, Alemania. [5] Cartabond MZI, entrecruzador; puede obtenerse en Clariant AG, Muttentz, Suiza. [6] Contenido de materia seca en la formulación de revestimiento, sobre la base del peso seco total de la formulación de revestimiento. [7] Pigmento de revestimiento de carbonato de calcio natural molido en húmedo; puede obtenerse en Omya AG, Oftringen, Suiza. [8] Pigmento de revestimiento de caolín brasileiro; puede obtenerse en Imerys S. A. [9] Finnfix 30, espesador de carboximetil celulosa; puede obtenerse en CP Kelco, Äänekoski, Finlandia. [10] Calsan 50, dispersión de estearato de calcio; puede obtenerse en BASF AG, Ludwigshafen, Alemania.						

Como puede observarse en los ensayos Nro. 2 (invención) y Nro. 3 (técnica anterior), el producto de la invención obtenido en el Ejemplo 5 logró similar brillo y rugosidad de PPS del cartón luego de un segundo pre-revestimiento en comparación con el producto de la técnica anterior obtenido en el Ejemplo 4, a pesar de una parte mucho mayor de CaCO₃ de desecho de molino de pulpa de baja pureza, a decir, 23.5% en comparación con 15%.

En comparación con las formulaciones de pre-revestimiento de cartón de envasado de líquido (LPB) que contenían pigmentos de GCC (carbonato de calcio molido, según sus siglas en inglés) virgen del estado de la técnica, que no contenían ningún material de desecho de baja pureza, el brillo se mantuvo en un nivel similar, y la rugosidad de PPS incluso mejoró (ver el ensayo de control Nro. 1, en comparación con el ensayo Nro. 2 de acuerdo con la invención).

En síntesis, los inventores de la presente invención fueron capaces de producir un producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado a partir de un carbonato de ion metálico divalente recuperado de material de desecho, donde el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado tiene un brillo comparable o incluso mejorado, en comparación con el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido por procesos de la técnica anterior.

Además, los inventores fueron capaces de mostrar que los productos de carbonato de ion metálico divalente precipitado, y en particular, un producto de carbonato de calcio precipitado, pueden usarse como pigmentos de revestimiento en formulaciones de pre-revestimiento para cartones de envasado, donde los cartones tienen similar brillo y rugosidad de PPS en comparación con un cartón tratado con una formulación de pre-revestimiento que contiene un producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido por un proceso de la técnica anterior y que contiene una menor parte de CaCO₃ de desecho de molino de pulpa de baja pureza.

En comparación con las formulaciones de pre-revestimiento de LPB que contienen pigmentos de GCC (carbonato de calcio molido) "virgen" del estado de la técnica que no contienen ningún material de desecho de baja pureza, el brillo

se mantuvo en un nivel similar, y la rugosidad de PPS fue incluso mejor.

5 Por último, aunque no menos importante, la presente invención contribuye a la protección del medio ambiente, ya que evita el almacenamiento y el desecho de los residuos de carbonato de ion metálico divalente de las industrias de la fabricación de papel y de la celulosa, de manera ineficaz desde el punto de vista de costo-beneficio. Aún más, la presente invención posee, asimismo, la ventaja de reducir los costos de tales industrias, debido a que ya no son necesarios el almacenamiento y el desecho ineficaz desde el punto de vista de costo-beneficio, de tales residuos de carbonato de ion metálico divalente.

10 Se observa que la descripción y los ejemplos precedentes se han expuesto meramente con fines de ilustración de la invención, y no tienen el propósito de limitación. Debido a que los expertos en la técnica podrán idear modificaciones de las realizaciones descritas que incorporan la sustancia de la invención, debe interpretarse la invención ampliamente, a fin de incluir todas las variantes que se encuentren dentro del alcance de las siguientes reivindicaciones y sus equivalentes.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la elaboración de un producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado a partir de un carbonato de ion metálico divalente recuperado de desecho, en donde el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado tiene brillo mejorado, comprendiendo el proceso las siguientes etapas de:
 - 5 (a) la provisión de un material de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza que tiene un brillo ISO R457 inferior a alrededor de 90%, medido de acuerdo con ISO 2469, donde el material de carbonato de ion metálico divalente es recuperado a partir de desecho;
 - (b) la calcinación del material de carbonato de ion metálico divalente de la etapa (a), a fin de obtener un óxido de ion metálico divalente;
 - 10 (c) el apagado del óxido de ion metálico divalente obtenido en la etapa (b) a fin de obtener una suspensión acuosa de un hidróxido de ion metálico divalente;
 - (d) la carbonatación de la suspensión acuosa del hidróxido de ion metálico divalente obtenido en la etapa (c), con un compuesto que contiene dióxido de carbono, a fin de obtener partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado que consisten en racimos o aglomerados de partículas finas, teniendo las partículas finas un tamaño de
 - 15 partícula de >10 a 500 nm y un área de superficie específica de 5 a 50 m²/g;
 - (e) el tratamiento posterior de las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado que consisten en racimos o aglomerados de partículas finas obtenidas en la etapa (d), de modo de obtener partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado que tienen un tamaño de partícula de > 10 a 500 nm y un área de superficie específica de 5 a 50 m²/g;
 - 20 (f) la mezcla de las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (e) con una suspensión acuosa de hidróxido de ion metálico divalente obtenida mediante el apagado de óxido de ion metálico divalente de alta pureza que tiene un brillo ISO R457 inferior a alrededor de 94%, medido de acuerdo con ISO 2469, a fin de obtener una mezcla de reacción resultante; y
 - (g) la carbonatación de la mezcla de reacción resultante de la etapa (f) a fin de obtener el producto de carbonato de
 - 25 ion metálico divalente precipitado que tiene brillo mejorado, en comparación con las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (d).
 2. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque por lo menos parte del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenido en la etapa (g) se somete a por lo menos una etapa de carbonatación adicional, donde por lo menos parte del producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado
 - 30 obtenido en la etapa (g) se mezcla primero con una suspensión acuosa de hidróxido de ion metálico divalente obtenida mediante el apagado de óxido de ion metálico divalente de alta pureza para obtener una mezcla de reacción resultante, y luego, la mezcla de reacción resultante se somete a la carbonatación.
 3. El proceso de conformidad con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el material de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza de la etapa (a) es un material que tiene la fórmula $M^{2+}Co_3^{2-}$, donde M^{2+} es un ion de metal divalente seleccionado del grupo que comprende Be^{2+} , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} y Ba^{2+} , y, preferentemente, es Mg^{2+} y Ca^{2+} , y con mayor preferencia, es Ca^{2+} .
 - 35
 4. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el tratamiento posterior de la etapa (e) se lleva a cabo mediante la desaglomeración mecánica o la recristalización de las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado que consisten en racimos o aglomerados de partículas finas
 - 40 obtenidas en la etapa (d).
 5. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque las partículas finas separadas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (e) tienen un tamaño de partícula de >10 a 500 nm, preferentemente, en el intervalo de 50 a 200 nm, y un área de superficie específica de 5 a 50 m²/g, preferentemente, en el intervalo de 20 a 50 m²/g.
 - 45
 6. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (g) tienen un brillo ISO R457 en el intervalo de 88 a 94% , medido de conformidad con ISO 2469.
 - 50
 7. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (g) tienen un área de superficie específica en el intervalo de 3 a 30 m²/g, preferentemente, en el intervalo de 5 a 20 m²/g, medida de conformidad con el

método BET usando ISO 9277.

- 5 8. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque las partículas de carbonato de ion metálico divalente precipitado obtenidas en la etapa (g) tienen una mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} en el intervalo de 0.5 a 7 μm , preferentemente, en el intervalo de 0.8 a 5 μm , y más preferentemente, en el intervalo de 1 a 3 μm .
9. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque el material de carbonato de ion metálico divalente de baja pureza de la etapa (a) es un material de carbonato de calcio, y el producto de carbonato de ion metálico divalente precipitado de la etapa (g) es carbonato de calcio precipitado.
- 10 10. El proceso de conformidad con la reivindicación 9, caracterizado porque el carbonato precipitado es carbonato de calcio precipitado escalenoédrico.
11. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el carbonato de ion metálico divalente precipitado es concentrado para formar una suspensión acuosa de carbonato de ion metálico divalente precipitado con un contenido de sólidos de aproximadamente 50% o más.
- 15 12. El proceso de conformidad con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque el carbonato de ion metálico divalente precipitado se seca para formar carbonato de ion metálico divalente precipitado seco.

Fig. 1

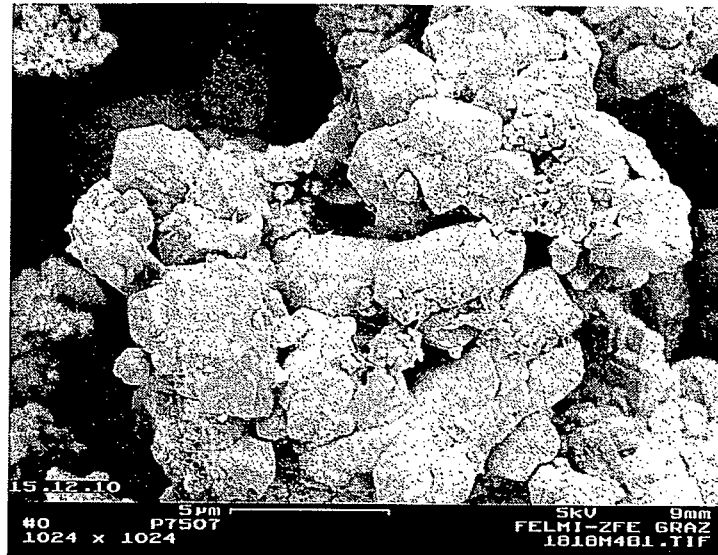


Fig. 2

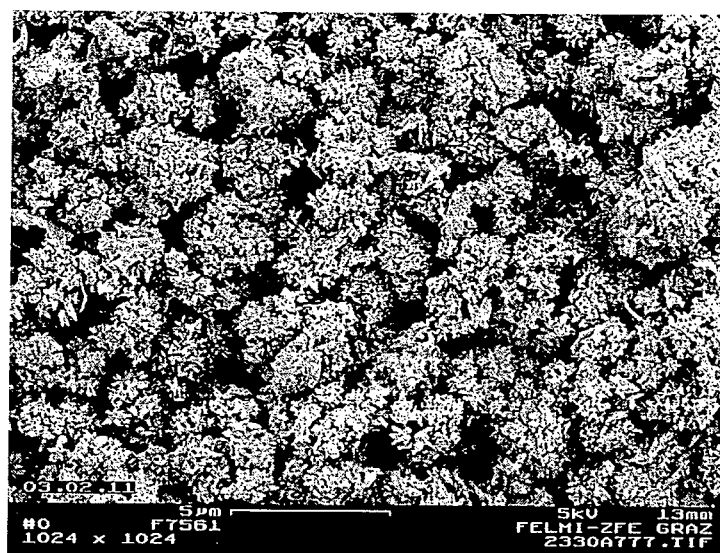


Fig. 3

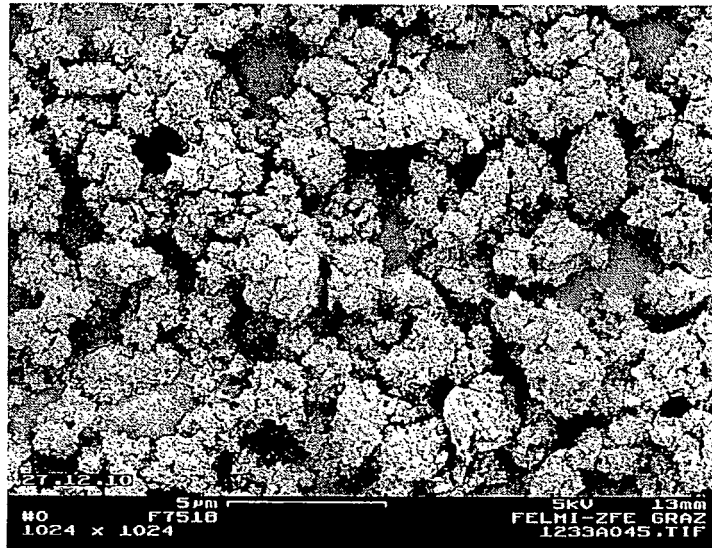


Fig. 4

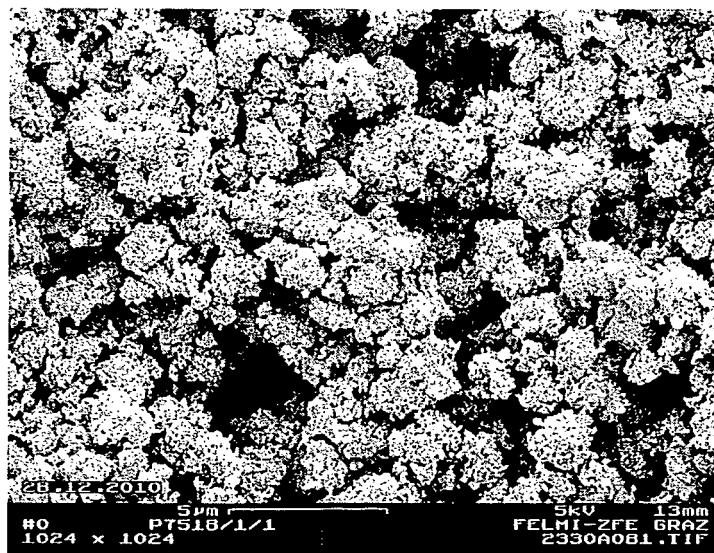


Fig. 5

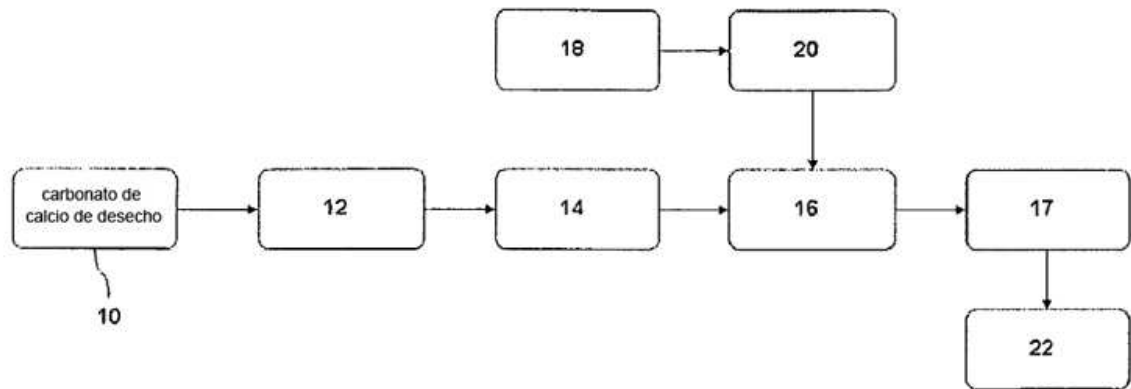


Fig. 6

