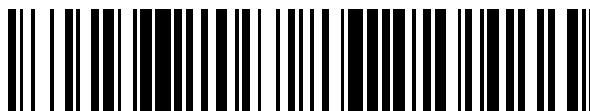


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 568 035**

51 Int. Cl.:

C04B 111/28 (2006.01)
C01F 5/24 (2006.01)
C01F 11/18 (2006.01)
C04B 28/10 (2006.01)
C04B 14/26 (2006.01)
C04B 2/10 (2006.01)
C04B 18/02 (2006.01)
C09K 21/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.03.2013 E 13711404 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.02.2016 EP 2828216**

54 Título: **Composición mineral a base de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio, su procedimiento de preparación y su utilización**

30 Prioridad:

22.03.2012 BE 201200199
27.04.2012 US 201261639213 P
22.08.2012 US 201261691868 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.04.2016

73 Titular/es:

S.A. LHOIST RECHERCHE ET DÉVELOPPEMENT
(100.0%)
Rue Charles Dubois 28
1342 Ottignies-Louvain-la-Neuve, BE

72 Inventor/es:

LORGOUILLOUX, MARION;
GÄRTNER, ROBERT SEBASTIAN;
PELLETIER, MARC y
CHOPIN, THIERRY

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 568 035 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

Composición mineral a base de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio, su procedimiento de preparación y su utilización

5 La presente invención se refiere a una composición mineral a base de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio, a su procedimiento de preparación y a su utilización.

Los carbonatos de calcio de síntesis son conocidos, principalmente para utilización como agentes de relleno (papel, pintura, plásticos...). Para estas aplicaciones, es conocido especialmente sintetizar carbonatos densos, en particular la calcita que es de morfología escalenoédrica, romboédrica o prismática o la aragonita de morfología acicular.

10 Se conocen también composiciones a base de carbonatos de calcio y de magnesio de síntesis que son especialmente utilizadas en el campo de la fabricación de papeles y materias plásticas.

15 Se pueden citar por ejemplo composiciones según las solicitudes de patentes EP-A-2322581 y DE-A-3245103. La primera divulga partículas de carbonatos de magnesio plaquetarias en forma de hidromagnesita en mezcla con carbonato de calcio coloidal, muy apropiadas como cargas en el papel o en las materias plásticas. La segunda divulga partículas de carbonato de calcio escalenoédricas (es decir en forma de grano de arroz) en mezcla con partículas plaquetarias de carbonato básico de magnesio. Los carbonatos respectivos se producen por separado y no forman un compuesto.

Las composiciones descritas en la patente europea EP-B-0526121 están formadas por una mezcla uniforme de partículas de carbonato de calcio que tiene una estructura cristalina de aragonita acicular con configuración de partícula en columna y de carbonato de magnesio hidratado con configuración de partícula plaquetaria.

20 Se conoce también una solicitud de patente japonesa JP 63-123810 que describe un procedimiento de producción de una composición mineral a base de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio. Este procedimiento comprende una carbonatación de una suspensión acuosa de carbonato básico de magnesio, a la cual se añade de forma continua una suspensión acuosa de hidróxido de magnesio y de hidróxido de calcio. La carbonatación se efectúa con un gran caudal de CO₂, lo que da lugar a la formación de partículas esféricas y porosas de carbonato básico de magnesio sobre los núcleos de germinación de carbonato básico de magnesio inicialmente presentes en suspensión, estando los poros de estas partículas parcialmente rellenos de carbonato de calcio. Esta composición es muy densa y se destina a la producción de cargas en el campo de la fabricación de papel, de pinturas, de materias plásticas o incluso en el campo médico.

30 La presente invención tiene por objetivo desarrollar composiciones minerales, especialmente destinadas a la construcción. En este campo, existe por ejemplo la necesidad de desarrollar composiciones minerales que puedan presentar una alternativa interesante a las espumas de poliuretano o fenólicas, utilizadas habitualmente por ejemplo en los paneles de aislamiento térmico. Los materiales minerales presentan en efecto la ventaja, con respecto a las espumas orgánicas, de tener un ciclo de vida más largo, un comportamiento frente al fuego claramente mejor, así como un impacto ambiental reducido. Es por lo tanto deseable que estas nuevas composiciones minerales tengan propiedades térmicas semejantes a las de las espumas conocidas. Es por lo tanto oportuno desarrollar materiales minerales que presenten una porosidad volúmica elevada y controlada, con una masa volúmica poco elevada, y al mismo tiempo conservar propiedades mecánicas aceptables (resistencia a la flexión, a la compresión, a los choques...).

40 En un medio poroso, se entiende por conductividad térmica un valor A que es la suma de i) la conductividad térmica del gas ocluido en los poros, con respecto a la fracción volúmica de los poros en la composición y de ii) la conductividad térmica de la materia sólida, con respecto a la fracción volúmica de esta materia sólida en la composición. La conductividad térmica del gas es generalmente del orden de 10⁻² W/K/m y la de los sólidos del orden de 1 a 10² W/K/m; cuánto más grande sea la fracción volúmica de gas (por lo tanto, los poros) en la composición, más baja será la conductividad térmica de la composición y más aislante será el material.

45 Para resolver este problema, se prevé según la invención una composición mineral a base de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio de síntesis, formada por una parte cálcica cristalizada y por una parte magnésica cristalizada en forma de plaquetas, formando los cristales de la parte cálcica y los de la parte magnésica agregados compuestos, y estando estos mismos agregados al menos parcialmente aglomerados en forma de aglomerados, comprendiendo dicha parte cálcica al menos un carbonato seleccionado entre el grupo constituido por la calcita, la aragonita y sus mezclas, y comprendiendo dicha parte magnésica la hidromagnesita en forma plaquetaria, presentando dicha fase sólida mixta de carbonatos de dicha composición mineral una masa volúmica a

granel inferior o igual a 250 kg/m^3 , y superior o igual a 80 kg/m^3 , medida según la norma EN 459.2.

- 5 La calcita y la aragonita son dos estructuras cristalinas de carbonato de calcio CaCO_3 . La hidromagnesita, llamada también carbonato básico de magnesio, tiene la fórmula $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ o $4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. En las bases de datos de difracción de rayos X (International Centre for Diffraction Data (ICDD) database), la hidromagnesita corresponde a las fichas que tienen las referencias 00-025-0513 (monoclínica) y 01-070-1177 (ortorrómbica). La hidromagnesita no se debe confundir con la magnesita, carbonato de magnesio de la fórmula MgCO_3 , ni con la nesquehonita, un carbonato de magnesio hidratado de la fórmula $\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, que se deben evitar según la invención.

Por el término "agregados", se entiende, según la presente invención un conjunto cohesivo de cristales.

- 10 Por los términos "aglomerados", se entiende, según la presente invención un conjunto suelto de agregados de cristales y/o de cristales, que se puede destruir fácilmente por medios mecánicos (ultrasonidos, agitación, cizallamiento, vibración...).

Por la expresión "masa volúmica a granel", se entiende, según la invención, la relación entre la masa del material y el volumen aparente del conjunto de los aglomerados o granos, medida según la norma EN 459.2.

- 15 La baja masa volúmica a granel de la fase sólida mixta de la composición según la invención resulta de un gran volumen poroso, es decir de una incorporación elevada de gas en la fase sólida mixta que presenta varios niveles de porosidad: en el seno de los agregados de cristales, en el seno de los aglomerados de agregados e incluso entre los aglomerados o granos.

- 20 Por la expresión "volumen poroso", se entiende en la presente invención un volumen poroso global que corresponde a las diferentes porosidades descritas anteriormente y medido por el método de intrusión de mercurio. En el texto que sigue, se considerará que el volumen poroso corresponde al volumen de los poros de tamaño $< 100 \text{ } \mu\text{m}$.

Se admite generalmente que la masa volúmica a granel de una hidromagnesita estándar está comprendida entre 200 y 400 kg/m^3 . Los carbonatos de calcio de síntesis tienen ellos mismos una masa volúmica a granel comprendida habitualmente entre 250 y 600 kg/m^3 .

- 25 Contra todo pronóstico la fase sólida mixta de carbonato de calcio y de hidromagnesita de la composición según la invención presenta una masa volúmica a granel, inferior a 250 kg/m^3 .

Este resultado es tanto más sorprendente porque permite alcanzar valores de conductividad térmica reducidos de la fase sólida mixta de la composición mineral según la invención, del orden de 25 a 45 mW/K/m , en particular del orden de 28 a 45 mW/K/m .

- 30 La fase sólida mixta de la composición según la invención presenta por lo tanto particularidades que no se encuentran en las fases puras habituales de tipo hidromagnesita o carbonato de calcio de síntesis.

- 35 La explicación consistiría en el hecho de que la fase sólida mixta de calcio y de magnesio presenta una estructura de cristalización mixta que permite el mejor acuerdo entre porosidad, grado de agregación y organización de los cristales unos con respecto a otros. Este acuerdo da como resultado una masa volúmica a granel baja y de esta manera una conductividad térmica baja. Este efecto se obtiene, entre otros, por el procedimiento según la invención, especialmente planificado para alcanzar las características particulares de masa volúmica a granel baja y por tanto de conductividad térmica baja de la fase sólida de la composición según la invención. Este procedimiento se describe en más detalle posteriormente y comprende una etapa de carbonatación de un hidróxido mixto de calcio y de magnesio, que permite formar una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio, controlados en su estructura.

- 45 En una forma de realización de la invención, dicha parte magnésica de la composición mineral según la presente invención puede comprender además periclase MgO y/o brucita $\text{Mg}(\text{OH})_2$. Las proporciones de estos diferentes componentes en la fase sólida mixta de la composición según la invención, además de los carbonatos de calcio de síntesis y de la hidromagnesita, están ligadas a las condiciones operatorias y a las propiedades de la dolomita hidratada utilizada en el procedimiento de carbonatación que permite la obtención de la fase sólida mixta de la composición según la invención descrita posteriormente. Una dolomita totalmente hidratada (cuya hidratación ha sido realizada bajo presión para evitar la presencia residual de MgO en la dolomita hidratada) conducirá a mayores contenidos en $\text{Mg}(\text{OH})_2$ en la fase sólida mixta de la composición según la invención, que la utilización de una dolomita parcialmente hidratada, que podrá conducir a la presencia de MgO en la fase sólida mixta de la

composición según la invención.

En otra forma de realización de la invención, la parte cálcica de la composición según la invención puede comprender además el hidróxido de calcio Ca(OH)_2 , por ejemplo, en forma de portlandita. Hay que observar que la parte cálcica está siempre formada mayoritariamente, en peso, de calcita, de aragonita o de una mezcla de las dos.

- 5 En una forma de realización ventajosa según la presente invención, la fase sólida mixta de dicha composición mineral presenta una superficie específica superior o igual a $15 \text{ m}^2/\text{g}$, más particularmente superior a $20 \text{ m}^2/\text{g}$ y con preferencia superior o igual a $25 \text{ m}^2/\text{g}$, y pudiendo llegar hasta $35 \text{ m}^2/\text{g}$.

10 Por la expresión "superficie específica" utilizada en la presente invención, se entiende la superficie específica medida por manometría de adsorción de nitrógeno y calculada según el modelo de Brunauer, Emmett et Teller (método BET), después de desgasificación a 190°C .

La fase sólida mixta de la composición según la invención presenta por lo tanto otra ventaja inesperada porque su superficie específica es superior a la de los carbonatos de calcio de síntesis habituales, que presentan una superficie específica del orden de 4 a $15 \text{ m}^2/\text{g}$.

- 15 De forma ventajosa, la composición según la presente invención puede comprender además una fase acuosa, estando entonces dicha composición en la forma de suspensión o de pasta. Puede estar también en forma sólida, en particular pulverulenta, y presentar una tasa de humedad comprendida entre 0 y 4 %, en particular entre 0,1 y 4 %, con preferencia inferior o igual a 3 %, más particularmente inferior o igual a 2 % en peso de agua con respecto al peso total de la composición. En una forma de realización particular de suspensión, es posible que los aglomerados estén dispersados.

- 20 Según una forma de realización de la invención, dicha hidromagnesita se representa por la fórmula $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (o indiferentemente $4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg(OH)}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) y está presente con un contenido comprendido entre 10 y 60 % en peso, con preferencia superior o igual a 20 % en peso, más particularmente superior o igual a 30 % en peso, con respecto al peso de dicha fase sólida mixta.

- 25 De forma ventajosa, dicha parte cálcica está presente en la composición según la invención en una cantidad que va de 35 a 75 %, ventajosamente de 40 a 70 %, con preferencia de 45 a 65 %, de manera más preferente de 50 a 60 %, en peso, con respecto al peso total de la fase sólida mixta. El total de la parte magnésica representa una cantidad que va de 25 a 65 %, ventajosamente de 30 a 60 %, con preferencia de 35 a 55 % y de manera más preferente de 40 % a 50 % del peso total de la fase sólida mixta.

- 30 En un polvo seco de una composición preferente según la invención se pueden distinguir los siguientes componentes (en % másico):

- calcita CaCO_3 : 26 - 67 %
- aragonita CaCO_3 : 0 - 25 %
- portlandita Ca(OH)_2 : 0 - 2 %
- hidromagnesita $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$: 13 - 54 %
- 35 - brucita Mg(OH)_2 : 0 - 44 %, con preferencia de 0 - 25 %
- periclase MgO : 0 - 5 %
- oxihidróxido de magnesio $\text{Mg}_3\text{O}_2(\text{OH})_2$: 0 - 5 %

con un total de 36 a 67 % de CaCO_3 y un total para la parte magnésica de 28 a 64 %.

- 40 Según la invención, la fase sólida mixta presenta una relación molar Ca/Mg comprendida entre 0,4 y 1,2, en particular entre 0,8 y 1,2.

La composición según la invención está o bien en forma de un polvo, o bien en forma de una suspensión o de una pasta, de donde puede provenir dicho polvo.

Preferiblemente, en la composición mineral según la invención, la masa volúmica a granel de la fase sólida mixta es

inferior o igual a 200 kg/m^3 , más particularmente inferior o igual a 180 kg/m^3 , incluso inferior o igual a 160 kg/m^3 . De forma ventajosa, la masa volúmica es superior o igual a 90 kg/m^3 , en particular superior o igual a 100 kg/m^3 .

5 En una forma de realización ventajosa según la presente invención, la fase sólida mixta de dicha composición mineral presenta una conductividad térmica comprendida entre 25 y 45 mW/K/m , en particular entre 28 y 45 mW/K/m . Esta conductividad es con preferencia inferior o igual a 40 mW/K/m , más particularmente inferior o igual a 35 mW/K/m y con preferencia inferior o igual a 32 mW/K/m .

10 Según una forma de realización ventajosa de la invención, la fase sólida mixta está presente en una proporción comprendida en el intervalo que va de 5 a 65 % en peso con respecto al peso total de la composición y un medio líquido está presente en una proporción comprendida en el intervalo que va de 35 a 95 % en peso con respecto al peso total de la composición mineral.

Según una forma de realización particular de la invención, dicha fase sólida mixta está compuesta de aglomerados molidos en granos de tamaño inferior o igual a 2 mm, con preferencia inferior o igual a 1 mm, de manera más preferente inferior o igual a $200 \mu\text{m}$ y en particular inferior o igual a $80 \mu\text{m}$.

15 Según una forma de realización perfeccionada de la invención, los agregados de la fase sólida mixta están constituidos por un núcleo cálcico sobre el cual se agregan las plaquetas de hidromagnesita. En otra realización particular de la invención, los agregados presentan una morfología sensiblemente esférica.

20 Según una forma de realización de la invención, los agregados tienen para un 80 % en volumen un tamaño característico del orden de 1 a $40 \mu\text{m}$, con preferencia de 3 a $30 \mu\text{m}$ y en particular de 5 a $20 \mu\text{m}$ sobre la base de las imágenes de MEB (microscopio electrónico de barrido). Las plaquetas de hidromagnesita tienen para un 80 % en volumen una anchura de plaqueta del orden de 0,5 a $10 \mu\text{m}$, con preferencia de 0,5 a $5 \mu\text{m}$.

Las plaquetas de hidromagnesita no se agregan al azar. Lo más a menudo, los agregados según la invención presentan una forma general análoga a la de una rosa del desierto.

Un polvo seco de una composición mineral preferente según la invención, podrá presentar las siguientes características:

- 25
- masa volúmica a granel: $80 - 250 \text{ kg/m}^3$
 - conductividad térmica: $25 - 45 \text{ mW/K/m}$
 - superficie específica BET: $15 - 35 \text{ m}^2/\text{g}$
 - volumen de los poros $< 100 \mu\text{m}$: $1 - 5 \text{ cm}^3/\text{g}$
 - humedad: 0 – 4 %

30 La presente invención se refiere igualmente a un procedimiento de fabricación de una composición mineral a base de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio, que comprende

- i) una preparación de dolomita al menos parcialmente hidratada por calcinación de una dolomita cruda y después hidratación al menos parcial de la dolomita así calcinada,
- 35 - ii) una puesta en suspensión en una fase acuosa de dicha dolomita al menos parcialmente hidratada, presentando esta suspensión una proporción comprendida entre 5 y 15 % en peso de materia sólida con respecto al peso total de la suspensión,
- iii) una carbonatación de dicha dolomita en suspensión por inyección de un gas que contiene CO_2 en dicha suspensión calentada a una temperatura de 55 a 90°C a un caudal de CO_2 de $2,5$ a $15 \text{ dm}^3/\text{min/kg}$ de dicha materia sólida en suspensión, con una disminución por etapas del pH de la suspensión hasta un valor inferior a 9 y, en paralelo, sucesivamente con una disminución de la conductividad eléctrica de la suspensión, 40 después una estabilización de ésta y finalmente un aumento de la conductividad eléctrica estabilizada, siendo parada la carbonatación desde que se observa este aumento de la conductividad eléctrica,
- iv) una obtención de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio de síntesis formada por una parte cálcica cristalizada y por una parte magnésica cristalizada en forma de plaquetas, estando 45 agregados los cristales de la parte cálcica y los de la parte magnésica en forma de agregados compuestos, y

estando estos mismos agregados al menos parcialmente aglomerados en forma de aglomerados, comprendiendo dicha parte cálcica al menos un carbonato seleccionado entre el grupo constituido por la calcita, la aragonita y sus mezclas, y comprendiendo dicha parte magnésica la hidromagnesita en forma plaquetaria, y presentando dicha fase sólida mixta de carbonatos de dicha composición mineral una masa volúmica a granel inferior o igual a 250 kg/m^3 y superior o igual a 80 kg/m^3 , medida según la norma EN 459.2.

Según la presente invención, se entiende por estabilización de la conductividad eléctrica, un período de más de 15 minutos a lo largo del cual la conductividad eléctrica medida en la suspensión no varía más de $0,5 \text{ mS/cm}$ hacia arriba o hacia abajo, con preferencia un período de más de 15 minutos a lo largo del cual la variación de conductividad es inferior a $0,3 \text{ mS/cm}$ hacia arriba o hacia abajo, y de forma ventajosa un período de 30 minutos a lo largo del cual la variación de conductividad eléctrica es inferior a $0,3 \text{ mS/cm}$ hacia arriba o hacia abajo. Según las condiciones operatorias, esta fase de estabilización puede ser más o menos larga. En ciertas variantes del procedimiento, esta fase puede durar hasta 60 minutos, incluso más

Según un modo particular del procedimiento según la invención, la dolomita cruda se encuentra, antes de la calcinación, en un producto mineral dolomítico en asociación con una o más sustancias cálcicas, una o más sustancias magnésicas o una mezcla de estas sustancias, formando una relación molar Ca/Mg comprendida entre 0,8 y 1,2 en el producto mineral dolomítico y la materia sólida de la suspensión obtenida después de las etapas de calcinación, hidratación y puesta en suspensión contiene, además de las partículas de dolomita al menos parcialmente hidratada, partículas semejantes a éstas, procedentes de las sustancias asociadas en el producto mineral dolomítico.

En la naturaleza se encuentran productos dolomíticos variados y pueden contener especialmente, además de la dolomita cruda, por ejemplo, carbonato de calcio, brucita,... Hay que hacer notar además que la dolomita cruda natural, a la que se atribuye de una manera general la fórmula $\text{Ca.Mg}(\text{CO}_3)_2$, puede variar en sus contenidos respectivos de Ca y de Mg.

También, según la presente invención, se entiende por dolomita cruda no solamente una dolomita de la fórmula $\text{Ca.Mg}(\text{CO}_3)_2$ sino también un carbonato mixto de calcio y de magnesio de origen natural de la fórmula general $a\text{CaCO}_3.b\text{MgCO}_3$, siendo a y b coeficientes molares tales como $a/b = 0,8$ a 1,2.

También, dicha dolomita al menos parcialmente hidratada es de la fórmula general $a\text{Ca}(\text{OH})_2.x\text{Mg}(\text{OH})_2.y\text{MgO}$ en la cual a, x e y son coeficientes molares especialmente con $0,8 \leq a/(x+y) \leq 1,2$ con $x+y=b$. Ella es de forma ventajosa una dolomita semi-hidratada en la cual la proporción másica de MgO residual es superior o igual a 1 % en peso, ventajosamente superior a 10 %, con preferencia a 20 %, y que se obtiene por calcinación e hidratación convencional de dolomita cruda. La utilización de una dolomita semi-hidratada de este tipo permite producir una composición mineral en la que la fase sólida mixta comprende la hidromagnesita y la calcita y/o la aragonita, siendo bajos los contenidos de brucita, de periclasa y de portlandita (siendo cada uno inferior a 10 % ventajosamente inferior a 5 % y con preferencia a 2 % en peso de la fase sólida mixta).

En una variante según la presente invención, dicha dolomita al menos parcialmente hidratada es una dolomita denominada totalmente hidratada en la cual la proporción másica de MgO residual es inferior a 1 % en peso y que se obtiene por calcinación e hidratación a presión de dolomita cruda. La utilización de una dolomita totalmente hidratada de este tipo permite producir una composición mineral en la que la fase sólida mixta comprende la hidromagnesita y/o la calcita y/o la aragonita, pero también una cantidad no despreciable de brucita (hasta un 40 % en peso de la fase sólida mixta en ciertos casos), permaneciendo sin embargo bajos los contenidos de periclasa y de portlandita (siendo cada uno inferior a 5 %, con preferencia a 2 % en peso de la fase sólida mixta).

En otra variante del procedimiento según la invención, para aumentar la proporción de magnesio en el compuesto final, se añade previamente a la carbonatación, una cantidad predeterminada de $\text{Mg}(\text{OH})_2$, a dicha dolomita al menos parcialmente hidratada en suspensión o no, de manera que se obtiene una fase sólida mixta que presenta una relación molar Ca/Mg comprendida entre 0,4 y 1,2. Se puede considerar igualmente añadir de la misma manera una cantidad de MgO comprendida entre 1 y 5 % en peso, con respecto al peso de la dolomita enteramente hidratada con el fin de reforzar especialmente la morfología esférica de los agregados.

Se debe observar que la dolomita al menos parcialmente hidratada de partida puede contener una cierta fracción de CaCO_3 , señal de una calcinación incompleta, y de CaO , en razón de una extinción (hidratación) incompleta, así como de impurezas.

La hidratación al menos parcial de la dolomita se puede realizar por vía seca añadiendo a una unidad de masa de dolomita calcinada una cantidad de fase acuosa (generalmente agua, eventualmente una lechada de cal y/o de

dolomita, o agua con aditivos), comprendida entre 0,2 y 1,0 unidades de masa, con preferencia 0,4 a 0,8 unidades de masa. En este caso, el producto de hidratación obtenido (en la etapa i)) es un polvo que comprende menos de 30 % de humedad relativa.

Esta hidratación al menos parcial se puede realizar también por vía húmeda añadiendo a una unidad de masa de la dolomita calcinada una cantidad de fase acuosa, especialmente agua, comprendida entre 1,1 y 6 unidades de masa, con preferencia entre 2 y 5 unidades de masa, más particularmente 4 unidades de masa. En este caso de hidratación por vía húmeda, una variante del procedimiento según la invención consiste en efectuar, en una sola etapa, la hidratación de la dolomita calcinada que presenta por ejemplo una relación molar Ca/Mg comprendida entre 0,8 y 1,2 por calcinación de una dolomita cruda y la puesta en suspensión en una fase acuosa de dicha dolomita al menos parcialmente hidratada, por extinción de dicha dolomita calcinada con un exceso suficiente de agua con el fin de obtener directamente dicha suspensión.

De forma ventajosa, durante la puesta en suspensión de la dolomita al menos parcialmente hidratada se puede prever una proporción de 7 a 10 % en peso de materia sólida con respecto al peso total de la suspensión.

En una variante del procedimiento según la invención, la etapa i) o dicha calcinación de una dolomita cruda de la etapa i) o incluso la etapa i) y la etapa ii) se efectúan previamente e independientemente de las etapas siguientes, en particular de las etapas iii) y iv).

Después de la puesta en suspensión correspondiente a la etapa ii), el procedimiento puede comprender además un tamizado, especialmente para un tamaño de partículas igual o inferior a 250 μm o una molienda, en particular para un tamaño de partículas inferior o igual a 90 μm de dicha dolomita al menos parcialmente hidratada en suspensión en una fase acuosa, eventualmente adicionada de MgO y/o de Mg(OH)_2 antes de la carbonatación. También puede tener lugar una dilución de la suspensión.

La composición según la invención puede comprender además aditivos que facilitan la preparación, la filtración, el almacenaje y/o la molienda (la desaglomeración) de dicha composición, en particular con el fin de mejorar la estabilidad de las suspensiones según la invención.

La carbonatación de la dolomita en suspensión se efectúa ventajosamente a una temperatura comprendida entre 60 y 80 $^{\circ}\text{C}$, con preferencia inferior o igual a 70 $^{\circ}\text{C}$, en particular inferior o igual a 65 $^{\circ}\text{C}$.

Durante esta etapa se prevé con preferencia que el CO_2 sea inyectado puro al 100 % en volumen o diluido en un gas portador, en particular el aire, a una concentración volúmica de CO_2 en el gas portador de 15 a 50 %, en particular de 15 a 25 %. El caudal total de inyección (gas portador eventual y CO_2) puede ser ventajosamente del orden de 15 a 55 $\text{dm}^3/\text{min}/\text{kg}$ de materia sólida en suspensión. El caudal de CO_2 (gas portador excluido) está comprendido de forma ventajosa entre 2,5 y 9,5 $\text{dm}^3/\text{min}/\text{kg}$ de materia sólida en suspensión.

El aumento de la conductividad eléctrica en la suspensión carbonatada, después del período de estabilización, indica una formación de bicarbonato de magnesio MgHCO_3 soluble y el principio de una disolución indeseada de la hidromagnesita. La carbonatación se para entonces. De forma general, se observa que el pH es inferior o igual a 8,5.

Durante la puesta en suspensión y la carbonatación, la suspensión de dolomita puede ser mantenida ventajosamente en agitación, por ejemplo, a una velocidad de 350 a 650 rpm.

Según una forma de realización de la invención, el procedimiento comprende además, una etapa de separación sólido-líquido entre dicha fase sólida mixta carbonatada y dicha fase acuosa.

Esta fase sólida mixta separada se puede secar a continuación. De forma ventajosa, la fase sólida mixta puede ser molida o desaglomerada para obtener partículas de tamaño inferior o igual a 2 mm, con preferencia inferior o igual a 1 mm, de manera más preferente inferior o igual a 200 μm y en particular inferior o igual a 80 μm . La operación de secado se puede realizar simultáneamente con la de desaglomeración o de molienda.

Según una forma de realización de la invención, el procedimiento comprende además una extracción de una cantidad predeterminada de suspensión después de la carbonatación, una alimentación de una suspensión fresca de dolomita semi-hidratada no carbonatada y una carbonatación posterior.

La presente invención se refiere igualmente a una utilización de una composición mineral según la invención o tal como la obtenida por el procedimiento según la invención, en materiales de construcción.

Se puede considerar en particular esta composición como constituyente de materiales de aislamiento térmico, en particular en los paneles de aislamiento térmico.

Otros detalles y particularidades de la invención surgirán de la descripción dada aquí según los ejemplos no limitativos, en los cuales los porcentajes dados son máximos cuando no se especifican.

- 5 Las figuras adjuntas ilustran la estructura cristalina de las composiciones obtenidas en los ejemplos. Las figuras tienen la misma numeración que los ejemplos con dos aumentos diferentes 2000 x (figuras A) y 10.000 X (figuras B), por microscopio electrónico de barrido (MEB).

10 En los ejemplos, la masa volúmica a granel se mide según la norma EN 459.2. Durante la medida de la conductividad térmica, que depende del grado de compactación de la muestra, aparece un segundo valor de masa volúmica no normalizada que es necesario mencionar con el fin de conocer las condiciones de la medida de conductividad térmica.

15 La conductividad térmica se mide sobre un material a granel siguiendo las instrucciones de las normas ISO 8301 o NF EN 12664. Más precisamente, la conductividad térmica tal como se menciona en la presente invención se mide sobre la fase sólida mixta de la composición mineral objeto de la presente invención, es decir sobre un polvo previamente secado a 105 °C y cuyo contenido en humedad es inferior a 4 % en peso. En el caso en que la composición según la invención se encuentra en forma de una suspensión o de una pasta, dicho polvo se obtiene a partir de esta composición siguiendo las etapas descritas anteriormente en la presente invención o descritas en los ejemplos.

20 La medida se realiza en un aparato con un fluxómetro (Netzsch Heat Flow Meter HFM 463/3/IE Lambda Series) sobre un polvo a granel colocado en un molde cuyo tamaño es superior al tamaño del fluxómetro. La preparación del lecho de polvo en el molde es de tal modo que la superficie del lecho de polvo sea lo más plana posible y que la masa volúmica del lecho de polvo sobre el que se efectuará la medida de conductividad térmica sea igual a la masa volúmica a granel medida previamente sobre cada polvo según el método descrito en la norma EN 459.2 a aproximadamente 20 %, si es posible a aproximadamente 15 %. Se efectúa una sola medida a 20 °C con una diferencia de temperatura de 20 °C entre las dos caras de la muestra (o sea 10 °C para una cara y 30 °C para la otra).

La superficie específica se mide según el método BET basado sobre una medida de manometría de adsorción de nitrógeno después de desgasificación de la muestra a 190 °C y el volumen de los poros < 100 µm se mide por intrusión de mercurio.

- 30 Ejemplo 1: carbonatación de una dolomita semi-hidratada (4 % de $\text{Mg}(\text{OH})_2$, 28 % de MgO) a 70 °C.

A/ La materia prima

35 La dolomita semi-hidratada utilizada para este ejemplo ha sido preparada industrialmente a partir de dolomita natural por calcinación y después extinción en un hidratador industrial clásico con un pequeño exceso de agua (hidratación en vía seca). Después de un análisis de termogravimetría completada por un análisis químico por espectrometría de fluorescencia X, esta dolomita semi-hidratada contiene 45 % $\pm$ 0,5 % de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 4 % $\pm$ 0,5 % de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y 28 % $\pm$ 0,5 % de MgO . Contiene igualmente 15 % $\pm$ 0,5 % de CaCO_3 residual, habiendo sido incompleta la calcinación de la dolomita, 5 % $\pm$ 0,5 % de CaO residual, habiendo sido incompleta la hidratación de la dolomita, así como impurezas, expresadas especialmente en forma de SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ... Esta dolomita tiene una relación molar Ca/Mg de 1,1.

B/ Preparación de la lechada

40 Una lechada de dolomita (suspensión acuosa de partículas de dolomita semi-hidratada) se prepara mezclando 10 dm^3 de agua desmineralizada a 20 °C con 1100 g $\pm$ 15 g de dolomita semi-hidratada (es decir un contenido en materia seca de alrededor de 10 %). Esta lechada se mantiene en agitación durante 10 minutos antes de ser tamizada a 250 µm. La lechada pasada a través del tamiz se introduce entonces en un reactor de una capacidad de 12 dm^3 , equipado con una doble envolvente y provisto de un sistema de agitación y de un sistema de calentamiento.

45 Este reactor está equipado también con una sonda de pH, una sonda de conductividad eléctrica y una sonda de temperatura. Lo rechazado en el tamizado (> 250 µm) se considera como un desecho de la reacción. La lechada se mantiene en agitación y su temperatura se lleva a 70 °C $\pm$ 2 °C.

C/ Carbonatación

Cuando la lechada ha alcanzado la temperatura de $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, se empieza la inyección de CO_2 en forma de un gas compuesto de 15 % en volumen de CO_2 y de 85 % en volumen de aire. El gas portador de CO_2 se inyecta por una boquilla que se encuentra en la parte de abajo del reactor. Los caudales de gas en la suspensión corresponden a $3,4\text{ dm}^3/\text{min}$ de CO_2 y $19,6\text{ dm}^3/\text{min}$ de aire por kg de dolomita semi-hidratada de partida. Durante toda la carbonatación, se registran la conductividad eléctrica de la lechada, así como su pH. La lechada tiene un pH de 12,3 antes de la carbonatación. A lo largo de ésta, la conversión de los hidróxidos en carbonatos va acompañada a) de una disminución del pH por etapas y b) de una disminución, de una fase estabilizada y finalmente de un aumento de la conductividad eléctrica. La reacción se para cuando la conductividad eléctrica comienza a aumentar, y este aumento ocurre simultáneamente con una caída del pH a menos de 9, en este caso 8,6. La conductividad eléctrica al principio de la carbonatación era de $9,9\text{ mS/cm}$, durante la fase estabilizada era de $1,0\text{--}1,3\text{ mS/cm}$ y la reacción se ha parado a una conductividad eléctrica de $2,8\text{ mS/cm}$.

El aumento de la conductividad eléctrica alrededor de un pH de 8,6 (pH entre 7,5 y 9) indica una formación de bicarbonato de magnesio soluble y el principio de la disolución no deseada de la hidromagnesita.

D/ Tratamientos post-síntesis

Al final de la carbonatación, la suspensión se filtra sobre un embudo büchner, se pone en una estufa a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ para un secado de una noche, y después el sólido secado se muele para obtener un polvo de granulometría inferior a 2 mm y cuya tasa de humedad es inferior al 3 %.

Después de un análisis termogravimétrico y un análisis por difracción de rayos X, el producto así obtenido contiene $54 \pm 2\%$ de CaCO_3 , casi exclusivamente en forma de calcita (solamente trazas de aragonita), $41 \pm 2\%$ de hidromagnesita, y ninguna otra fase de tipo brucita, periclase, $\text{Mg}_3\text{O}_2(\text{OH})_2$ o incluso portlandita en proporción significativa. Su masa volúmica a granel medida según la norma EN 459.2 es de 148 kg/m^3 . Su superficie específica es de $26,3\text{ m}^2/\text{g}$ (método BET basado sobre una medida de manometría de adsorción de nitrógeno) y el volumen de sus poros $< 100\text{ }\mu\text{m}$, medido por intrusión de mercurio, es de $3,8\text{ cm}^3/\text{g}$. Su conductividad térmica es de 37 mW/K/m para una masa volúmica en el momento de la medida de 163 kg/m^3 . Véase las figuras 1A y 1B.

Ejemplo 2: carbonatación de una dolomita semi-hidratada (15 % de $\text{Mg}(\text{OH})_2$, 21 % de MgO) a $70\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Este ejemplo es comparable al ejemplo 1. Las únicas diferencias son:

- la materia prima ha sido reemplazada por otra dolomita semi-hidratada que tiene una composición y un origen diferentes,
- el reactor utilizado para la carbonatación es un reactor de un volumen de 3 dm^3 en lugar de los 12 dm^3 del reactor descrito en el ejemplo 1, lo que implica una adaptación de las masas de reactivos y de los caudales de CO_2 .

Todos los otros parámetros y todas las otras etapas del procedimiento son similares a los descritos en el ejemplo 1.

A/ La materia prima

La dolomita semi-hidratada utilizada para este ejemplo ha sido preparada de nuevo industrialmente a partir de dolomita natural por calcinación y después extinción en un hidratador industrial clásico con un pequeño exceso de agua (hidratación en vía seca). Esta dolomita semi-hidratada contiene $41\% \pm 0,5\%$ de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $15\% \pm 0,5\%$ de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y $21\% \pm 0,5\%$ de MgO . Contiene igualmente $19\% \pm 0,5\%$ de CaCO_3 residual, habiendo sido incompleta la calcinación de la dolomita, $2\% \pm 0,5\%$ de CaO residual, habiendo sido incompleta la hidratación de la dolomita, así como impurezas (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ...). Esta dolomita tiene una relación molar Ca/Mg de 1,0.

B/ Preparación de la lechada

Esta vez, la lechada se prepara mezclando 2 dm^3 de agua desmineralizada a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ con $270\text{ g} \pm 5\text{ g}$ de dolomita semi-hidratada (es decir un contenido en materia seca de alrededor de 12 %). Se agita a continuación y se tamiza como se describe en el ejemplo 1. Al final de la etapa de tamizado, la lechada pasada a través del tamiz se introduce en un reactor de una capacidad de 3 dm^3 , equipado de nuevo con una doble envolvente, provisto de un sistema de agitación, de un sistema de calentamiento, de una sonda de pH, de una sonda de conductividad eléctrica y de una sonda de temperatura. Como en el ejemplo 1, la lechada se mantiene en agitación y su temperatura se lleva a $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

C/ Carbonatación

Como en el ejemplo 1, la carbonatación se realiza a $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Los caudales de gas en la suspensión corresponden esta vez a $0,86\text{ dm}^3/\text{min}$ de CO_2 y $4,90\text{ dm}^3/\text{min}$ de aire. La lechada tiene un pH de 11,4 antes de la carbonatación. A lo largo de ésta, la conversión de los hidróxidos en carbonatos va acompañada a) de una disminución del pH por etapas y b) de una disminución, de una fase estabilizada y finalmente de un aumento de la conductividad eléctrica. La reacción se para cuando la conductividad comienza a aumentar de nuevo después de una caída simultánea del pH a 8,2. La conductividad eléctrica al principio de la carbonatación era de $8,2\text{ mS/cm}$, durante la fase estabilizada era del orden de $1,0\text{ mS/cm}$ y la reacción se ha parado a una conductividad eléctrica de $1,8\text{ mS/cm}$.

- 10 El aumento de la conductividad eléctrica alrededor de un pH de 8,6 (o menos) indica una formación de bicarbonato de magnesio soluble y el principio de la disolución no deseada de la hidromagnesita.

D/ Tratamientos post-síntesis

Al final de la etapa de carbonatación, se filtra la suspensión y se seca el producto en las mismas condiciones que las descritas en el ejemplo 1 anteriormente, con el fin de obtener un polvo seco (humedad inferior a 3 %) y de granulometría inferior a 2 mm.

- 15 Después de un análisis cuantitativo por difracción de rayos X confirmado por los resultados de análisis termogravimétrico, el producto así obtenido contiene $56 \pm 1\%$ de CaCO_3 , de los cuales $41 \pm 1\%$ está en forma de calcita y $15 \pm 1\%$ en forma de aragonita, $42 \pm 1\%$ de hidromagnesita, $0,5 \pm 0,5\%$ de brucita y $1,1 \pm 0,5\%$ de portlandita. Su masa volúmica a granel es del orden de 188 kg/m^3 . Su superficie específica es de $27,3\text{ m}^2/\text{g}$ y el volumen de sus poros $< 100\text{ }\mu\text{m}$ es de $1,2\text{ cm}^3/\text{g}$. Su conductividad térmica es de 38 mW/K/m para una masa volúmica en el momento de la medida de 188 kg/m^3 . Véase las figuras 2A y 2B.
- 20

Ejemplo 3: carbonatación de una dolomita semi-hidratada (31 % de Mg(OH)_2 y 8 % de MgO) a $70\text{ }^{\circ}\text{C}$

El ejemplo 3 es similar al ejemplo 2, sólo la materia prima utilizada para la carbonatación es diferente, siendo reemplazada la dolomita semi-hidratada del ejemplo 2 por otra dolomita semi-hidratada que tiene propiedades diferentes.

- 25 En este ejemplo, la dolomita semi-hidratada ya no es una muestra industrial. Ella ha sido preparada esta vez en el laboratorio por hidratación de una dolomita viva (obtenida por calcinación industrial de una dolomita cruda) en vía húmeda con un gran exceso de agua: se mezclan 1 masa de dolomita viva y 5 masas de agua desmineralizada a $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 10 minutos, lo que lleva a la obtención de una lechada de dolomita. Las partículas sólidas contenidas en esta lechada son partículas de dolomita semi-hidratada que contiene $55\% \pm 0,5\%$ de Ca(OH)_2 , $31\% \pm 0,5\%$ de Mg(OH)_2 y $8\% \pm 0,5\%$ de MgO . Ellas contienen igualmente $3\% \pm 0,5\%$ de CaCO_3 residual, habiendo sido incompleta la calcinación de la dolomita, así como impurezas (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ...). Esta dolomita tiene una relación molar Ca/Mg de 1,1.
- 30

La lechada obtenida al final de los 10 minutos de hidratación se tamiza a $250\text{ }\mu\text{m}$. La lechada pasada a través del tamiz se introduce a continuación en el reactor de una capacidad de 3 dm^3 descrito en el ejemplo 2. Se diluye con agua desmineralizada a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ para obtener un contenido en materia seca del orden de 12 % en la lechada. El final de la reacción se lleva a cabo conforme a las informaciones del ejemplo 2. La carbonatación se realiza a $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La lechada tiene un pH de 12,0 antes de la carbonatación. A lo largo de ésta, la conversión de los hidróxidos en carbonatos se acompaña a) de una disminución del pH por etapas y b) de una disminución, de una fase estabilizada y finalmente de un aumento de la conductividad eléctrica. La reacción se para cuando la conductividad eléctrica comienza a aumentar simultáneamente con una caída del pH a 8,6. La conductividad eléctrica al principio de la carbonatación era de $7,0\text{ mS/cm}$, durante la fase estabilizada era del orden de $0,5\text{ mS/cm}$ y la reacción se ha parado a una conductividad eléctrica de $1,4\text{ mS/cm}$.

Después de un análisis cuantitativo por difracción de rayos X confirmado por los resultados de análisis termogravimétrico, el producto obtenido después de las etapas de filtración, secado y molienda tales como las descritas en el ejemplo 1, se presenta en forma de un polvo seco que contiene $53 \pm 2\%$ de CaCO_3 casi exclusivamente en forma de calcita (únicamente trazas de aragonita), $45 \pm 2\%$ de hidromagnesita, $2,0 \pm 1\%$ de portlandita. Su masa volúmica a granel es de 181 kg/m^3 . Su superficie específica es de $28,9\text{ m}^2/\text{g}$ y el volumen de sus poros $< 100\text{ }\mu\text{m}$ es de $2,5\text{ cm}^3/\text{g}$. Su conductividad térmica es de 39 mW/K/m para una masa volúmica en el

- 45
- 50

momento de la medida de 187 kg/m^3 . Véase las figuras 3A y 3B.

Ejemplo 4: carbonatación de una dolomita totalmente hidratada (39 % de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y menos de 1 % de MgO) a 70°C .

5 El ejemplo 4 es similar al ejemplo 2, sólo la materia prima utilizada para la carbonatación es diferente, siendo reemplazada la dolomita semi-hidratada por una dolomita totalmente hidratada.

10 La dolomita totalmente hidratada es un producto industrial obtenido por calcinación de la dolomita cruda seguida de una hidratación bajo presión. La dolomita totalmente hidratada utilizada en este ejemplo contiene $54 \pm 0,5 \%$ de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, $39 \pm 0,5 \%$ de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y menos de $1 \pm 0,5 \%$ de MgO residual. Ella contiene igualmente $5 \pm 0,5 \%$ de CaCO_3 residual y menos de 1 % de impurezas (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ...). Esta dolomita tiene una relación molar Ca/Mg de 1,1.

15 La lechada preparada según las indicaciones del ejemplo 2 tiene un pH de 12,2 antes de la carbonatación. La carbonatación se realiza a 70°C . A lo largo de ésta, la conversión de los hidróxidos en carbonatos se acompaña a) de una disminución del pH por etapas y b) de una disminución, de una fase estabilizada y finalmente de un aumento de la conductividad eléctrica. La reacción se para cuando la conductividad eléctrica comienza a aumentar simultáneamente con una caída del pH a 8,8. La conductividad eléctrica al principio de la carbonatación era de $9,6 \text{ mS/cm}$, durante la fase estabilizada era del orden de $1,4 \text{ mS/cm}$ y la reacción se ha parado a una conductividad eléctrica de $2,0 \text{ mS/cm}$.

20 Después de un análisis cuantitativo por difracción de rayos X confirmado por los resultados de análisis termogravimétrico, el producto obtenido después de las etapas de filtración, secado y molienda tales como las descritas en el ejemplo 1, se presenta en forma de un polvo seco que contiene $54 \pm 1 \%$ de CaCO_3 , casi exclusivamente en forma de calcita (únicamente trazas de aragonita), $40 \pm 1 \%$ de hidromagnesita, $5 \pm 1 \%$ de brucita y $1,0 \pm 0,5 \%$ de portlandita. Su masa volúmica a granel es de 161 kg/m^3 . Su superficie específica es de $27,3 \text{ m}^2/\text{g}$ y el volumen de sus poros $< 100 \mu\text{m}$ es de $3,7 \text{ cm}^3/\text{g}$. Su conductividad térmica es de 36 mW/K/m para una masa volúmica en el momento de la medida de 151 kg/m^3 . Véase las figuras 4A y 4B.

25 Ejemplo 5: carbonatación de una dolomita totalmente hidratada (39 % de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y menos de 1 % de MgO) con adición de MgO a 70°C .

30 El ejemplo 5 es similar al ejemplo 4, siendo la materia prima y el procedimiento idénticos a los descritos en el ejemplo 4. La única diferencia con este ejemplo 4 es que, esta vez, una pequeña cantidad de MgO ha sido añadida a la lechada de dolomita totalmente hidratada antes de la inyección de CO_2 . La proporción de MgO corresponde a 3 % de la masa de dolomita hidratada. El MgO ha sido obtenido por calcinación durante 2 h a 400°C de un $\text{Mg}(\text{OH})_2$ comercial en polvo.

35 Después de un análisis cuantitativo por difracción de rayos X confirmado por los resultados de análisis termogravimétrico, el producto obtenido después de las etapas de filtración, secado y molienda tales como las descritas en el ejemplo 1, se presenta en forma de un polvo seco que contiene $54 \pm 2 \%$ de CaCO_3 , casi exclusivamente en forma de calcita (únicamente trazas de aragonita), $46 \pm 2 \%$ de hidromagnesita, y ninguna otra fase en proporción significativa. Su masa volúmica a granel es de 158 kg/m^3 . Su superficie específica es de $25,4 \text{ m}^2/\text{g}$ y el volumen de sus poros $< 100 \mu\text{m}$ es de $2,6 \text{ cm}^3/\text{g}$. Su conductividad térmica es de 36 mW/K/m para una masa volúmica en el momento de la medida de 156 kg/m^3 . Véase las figuras 5A y 5B.

40 Ejemplo 6: carbonatación de dolomita semi-hidratada (15 % de $\text{Mg}(\text{OH})_2$, 21 % de MgO) a más baja temperatura (60°C).

A/ La materia prima:

La dolomita semi-hidratada utilizada para este ejemplo es la misma que la utilizada en el ejemplo 2 (relación molar $\text{Ca/Mg} = 1,0$).

B/ Preparación de la lechada:

45 Se prepara una lechada de dolomita mezclando $10,2 \text{ dm}^3$ de agua desmineralizada a 20°C con $770 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ de dolomita semi-hidratada (es decir un contenido en materia seca de 7 %). A continuación, se mantiene esta lechada con agitación durante una decena de minutos, después se muele y se desaglomera con ayuda de un agitador de tipo Ultra Turrax (marca IKA) durante 30 segundos a fin de reducir el tamaño de los aglomerados en suspensión por

debajo de 90 μm . La lechada así preparada se introduce entonces en el reactor de 12 dm^3 de capacidad descrito en el ejemplo 1. La lechada se mantiene en agitación y su temperatura se lleva a $60\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$.

C/ Carbonatación:

- 5 Cuando la lechada ha alcanzado la temperatura de $60\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, se empieza la inyección de CO_2 en forma de un gas compuesto de 20 % en volumen de CO_2 y de 80 % en volumen de aire. El gas portador de CO_2 se inyecta por una boquilla que se encuentra en la parte baja del reactor. Los caudales de gas en la suspensión corresponden a 3,0 dm^3/min de CO_2 y 12,0 dm^3/min de aire por kg de dolomita semi-hidratada de partida. La lechada tiene un pH de 12,1 antes de la carbonatación. A lo largo de ésta, la conversión de los hidróxidos en carbonatos se acompaña a) de una disminución del pH por etapas y b) de una disminución, de una fase estabilizada y finalmente de un aumento de la conductividad eléctrica. La reacción se para cuando la conductividad eléctrica comienza a aumentar simultáneamente con una caída del pH a 8,5. La conductividad eléctrica al principio de la carbonatación era de 10,1 mS/cm, durante la fase estabilizada era del orden de 3,9 mS/cm y la reacción se ha parado a una conductividad eléctrica de 4,5 mS/cm.

D/ Tratamientos post-síntesis

- 15 Los tratamientos post-síntesis efectuados para esta muestra son similares a los efectuados en los ejemplos 1 a 5 y permiten la obtención de un polvo seco.

Después de un análisis cuantitativo por difracción de rayos X, el producto así obtenido contiene $58 \pm 1\%$ de CaCO_3 , de los cuales $43 \pm 1\%$ está en forma de calcita y $16 \pm 1\%$ en forma de aragonita, $38 \pm 1\%$ de hidromagnesita, $2 \pm 1\%$ de brucita, $1 \pm 0,5\%$ de portlandita y $0,5 \pm 0,5\%$ de $\text{Mg}_3\text{O}_2(\text{OH})_2$. Su masa volúmica a granel es de 146 kg/m^3 . Su superficie específica es de 25,0 m^2/g . Su conductividad térmica es de 39 $\text{mW}/\text{K}/\text{m}$ para una masa volúmica en el momento de la medida de 189 kg/m^3 . Véase las figuras 6A y 6B.

Ejemplo 7: carbonatación de dolomita semi-hidratada (15 % de $\text{Mg}(\text{OH})_2$, 21 % de MgO) con adición de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ a $75\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$.

- 25 Este ejemplo es bastante similar al ejemplo 6, aparte de que, esta vez, los 770 g de dolomita semi-hidratada utilizados para preparar la lechada de dolomita han sido reemplazados por una mezcla de 534 g de esta misma dolomita semi-hidratada y de 236 g de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ comercial en suspensión acuosa al 50 %, de forma que se obtiene el mismo contenido en sólido total que en el ejemplo 6. Esto lleva a una relación molar Ca/Mg de 0,5 en la fase sólida de la suspensión.

- 30 Por otra parte, al contrario del ejemplo 6, la reacción de carbonatación se realiza aquí a $75\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$. La suspensión tiene un pH de 11,8 antes de la carbonatación.

Como en el ejemplo 6, se utiliza el reactor de 12 dm^3 . Cuando la suspensión ha alcanzado una temperatura de $75\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, comienza la inyección de un gas que contiene 20 % en volumen de CO_2 y el resto de aire. Los caudales de gas en la suspensión corresponden a 2,6 dm^3/min de CO_2 y 10,4 dm^3/min de aire por kilogramo de materia sólida en suspensión (dolomita y $\text{Mg}(\text{OH})_2$).

- 35 A lo largo de la carbonatación, la conversión de los hidróxidos en carbonatos se acompaña a) de una disminución del pH por etapas y b) de una disminución, de una fase estabilizada y finalmente de un aumento de la conductividad eléctrica. La conductividad eléctrica al principio de la carbonatación era de 10,0 mS/cm, durante la fase estabilizada era del orden de 2,3 mS/cm y la reacción se para a una conductividad de 2,9 mS/cm.

- 40 Después de un análisis cuantitativo por difracción de rayos X, el producto obtenido después de las etapas de filtración, secado y molienda tales como las descritas en el ejemplo 1, se presenta en forma de un polvo seco que contiene $39 \pm 1\%$ de CaCO_3 , de los cuales $35 \pm 1\%$ está en forma de calcita y $4 \pm 1\%$ en forma de aragonita, $26 \pm 2\%$ de hidromagnesita, $33 \pm 2\%$ de brucita, $1 \pm 0,5\%$ de portlandita y $1,0 \pm 0,5\%$ de periclase. Su masa volúmica a granel es de 132 kg/m^3 . Su superficie específica es de 18 m^2/g . Su conductividad térmica es de 37 $\text{mW}/\text{K}/\text{m}$ para una masa volúmica en el momento de la medida de 154 kg/m^3 . Véase las figuras 7A y 7B.

- 45 Ejemplo 8: carbonatación a $70\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ de un producto dolomítico calcinado.

Este ejemplo es comparable al ejemplo 3. Sólo la materia prima es diferente, así como algunos detalles del procedimiento.

En este ejemplo, un producto naturalmente compuesto de dolomita ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$), de caliza (CaCO_3) y de brucita ($\text{Mg}(\text{OH})_2$), que tiene una relación molar Ca/Mg de 1,0, se ha calcinado en un horno de laboratorio a 980 °C para obtener un óxido mixto a base de CaO y de MgO, que contiene cantidades pequeñas de CaCO_3 residual. Este óxido se ha hidratado a continuación en el laboratorio en vía húmeda con un gran exceso de agua: se mezclan 1 masa de

5 óxido y 7 masas de agua desmineralizada a 20 °C durante 30 minutos, llevando a la obtención de una lechada, y las partículas sólidas contenidas en esta lechada son semejantes a las partículas de dolomita semi-hidratada.

Al contrario del ejemplo 3, la lechada no se tamiza. Como ya tiene un contenido en materia seca del orden de 12 %, no se diluye más. La carbonatación se puede efectuar directamente en el reactor de 3 dm³ según las condiciones del ejemplo 3.

10 La lechada tiene un pH de 12,6 antes de la carbonatación. La carbonatación se realiza a 70 °C ± 2 °C. A lo largo de ésta, la conversión de los hidróxidos en carbonatos se acompaña a) de una disminución del pH por etapas y b) de una disminución, de una fase estabilizada y finalmente de un aumento de la conductividad eléctrica. La reacción se para cuando la conductividad eléctrica comienza a aumentar simultáneamente con una caída del pH a 8,5. La conductividad eléctrica al principio de la carbonatación era de 8,0 mS/cm, durante la fase estabilizada era del orden

15 de 1,2 mS/cm y la reacción se ha parado a una conductividad eléctrica de 2,5 mS/cm.

El producto obtenido después de las etapas de filtración, secado y molienda tales como las descritas en el ejemplo 1, se presenta en forma de un polvo seco. Su masa volúmica a granel es de 157 kg/m³. Su superficie específica es de 19,6 m²/g y el volumen de sus poros < 100 µm, es de 3,5 cm³/g. Su conductividad térmica es de 36 mW/K/m para una masa volúmica en el momento de la medida de 168 kg/m³. Véase las figuras 8A y 8B.

20 Ejemplo 9: carbonatación a 70 °C ± 2 °C de dolomita semi-hidratada (15 % de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ y 21 % de MgO) a escala piloto.

El ejemplo 9 es similar al ejemplo 2, pero la reacción se ha llevado a cabo en un reactor de 100 dm³ en lugar del reactor de 3 dm³ utilizado en el ejemplo 2. Esta vez, la lechada se prepara mezclando 80 dm³ de agua desmineralizada a 20 °C con 9,6 kg de la dolomita semi-hidratada descrita en el ejemplo 2 (es decir un contenido en materia seca en la lechada de 10,7 %). El resto del procedimiento de síntesis descrito en el ejemplo 2 permanece sin cambios. Sólo los caudales de CO₂ se adaptan con el fin de realizar la carbonatación de los 9,6 kg de dolomita semi-hidratada en un tiempo próximo al utilizado para la carbonatación de los 240 g de dolomita semi-hidratada en el reactor de 3 dm³ del ejemplo 2, es decir alrededor de 3 horas: 55 dm³/min de CO₂ y 314 dm³/min de aire por kg de dolomita semi-hidratada de partida.

30 El producto obtenido después de las etapas de filtración, secado y molienda tales como las descritas en el ejemplo 1, se presenta en forma de un polvo seco. Después de un análisis cuantitativo por difracción de rayos X, confirmado por un análisis termogravimétrico, este producto contiene 57 ± 1 % de CaCO_3 , de los cuales 52 ± 1 % está en forma de calcita y 5 ± 1 % en forma de aragonita, 42 ± 1 % de hidromagnesita y 1 ± 0,5 % de portlandita. Su masa volúmica a granel es de 188 kg/m³. Su superficie específica es de 25,6 m²/g y el volumen de sus poros < 100 µm, es

35 de 1,2 cm³/g. Su conductividad térmica es de 39 mW/K/m para una masa volúmica en el momento de la medida de 220 kg/m³. Véase las figuras 9A y 9B.

Ejemplo 10: carbonatación de dolomita semi-hidratada y molienda del carbonato.

El ejemplo 10 es similar al ejemplo 2, pero al final de la etapa de secado, se muele el producto con el fin de alcanzar una granulometría ya no < 2 mm, sino < 80 µm.

40 La composición mineralógica de este polvo es similar a la del polvo de 2 mm obtenido en el ejemplo 2, al igual que su superficie específica. En cambio, la molienda permite aumentar el volumen de los poros < 100 µm de 1,2 a 2,6 cm³/g y la distribución de tamaño de estos poros está claramente modificada, siendo los poros más anchos después de la molienda. La masa volúmica a granel del producto está en sí misma claramente disminuida en comparación con el polvo de 2 mm, al igual que su conductividad térmica: masa volúmica a granel de 118 kg/m³ y conductividad

45 de 32 mW/K/m para una masa volúmica de 148 kg/m³ en el momento de la medida. Véase las figuras 10A y 10B.

Ejemplo 11

En el marco de la optimización del producto y del procedimiento objetos de la presente invención, se ha realizado un plan de experimentos. Este plan de experimentos se apoya en la optimización de la etapa de carbonatación de una suspensión acuosa en un reactor de una capacidad de 100 dm³, reactor que había sido ya utilizado en el ejemplo 9.

50 Se estudian cuatro parámetros: i) la proporción volúmica de CO₂ en la fase gaseosa (de 13,9 a 46,1 %), ii) el caudal

de CO₂ con respecto a la masa de dolomita al menos parcialmente hidratada a carbonatar (de 3,8 a 12,9 dm³/min/kg de dolomita), iii) el extracto seco de la lechada de dolomita antes de la carbonatación (de 5,2 a 14,8 %) y iv) la temperatura de carbonatación (de 57 a 73 °C).

- 5 Para el conjunto de los experimentos, se realiza una etapa de hidratación de una dolomita viva de calibre inferior a 3 mm, en un primer tiempo en un reactor de 40 dm³ en las siguientes condiciones: temperatura inicial del agua de hidratación fijada a 54 °C, relación másica agua/dolomita de 3,2 (es decir un extracto seco inicial de 23,8 %) y una velocidad de agitación de 275 rpm. La duración de la hidratación es de 30 a 40 minutos.

- 10 A la salida de la hidratación, la lechada de dolomita obtenida se tamiza a 200 µm. La lechada que pasa a 200 µm se diluye a continuación con agua a fin de ajustar el extracto seco de la lechada de dolomita al menos parcialmente hidratada al valor deseado y a fin de obtener un volumen total de 80 dm³ de lechada de dolomita. Estos 80 dm³ de lechada diluida se introducen entonces en el reactor de carbonatación de 100 dm³. La temperatura de la lechada se lleva a continuación a la temperatura deseada para la carbonatación haciendo circular un líquido de temperatura controlada en la doble envolvente del reactor de 100 dm³. Esta temperatura se mantiene constante durante toda la duración de la carbonatación a ± 2 °C. Cuando la temperatura de la lechada de dolomita se estabiliza, comienza la inyección de la fase gaseosa (aire + CO₂). Previamente, los reguladores de caudal de CO₂ y de aire han sido ajustados a fin de poder colocarse en las condiciones deseadas de caudal de CO₂ con respecto a la masa de dolomita al menos parcialmente hidratada a carbonatar y de proporción volúmica de CO₂ en la fase gaseosa. Durante la carbonatación, se registran el pH de la suspensión, así como su conductividad eléctrica. Se puede observar una disminución por etapas del pH hasta un valor inferior a 9 y, en paralelo, sucesivamente con una disminución de la conductividad eléctrica, una fase de estabilización tal como la definida anteriormente y finalmente un aumento de la conductividad eléctrica de la suspensión. La carbonatación se para cuando la conductividad eléctrica comienza a aumentar al final de la fase de estabilización.

- 25 Al final de la reacción de carbonatación, se recupera la suspensión y, en un primer tiempo, el tamaño de las partículas en suspensión se mide por granulometría láser colocando unas gotas de la suspensión en metanol (d₁₀, d₅₀, d₉₀ en la tabla que sigue). Después, se filtra una parte de la suspensión sobre un embudo büchner, se seca en estufa a 70 °C durante 2 a 3 días antes de ser finalmente molida a un tamaño inferior a 2 mm (el 100 % pasa por una malla de tamiz de 2 mm). Sobre este producto molido, se miden la masa volúmica a granel según el método descrito en EN459-2, la conductividad térmica, la superficie específica BET y la proporción de hidromagnesita de acuerdo con los resultados de termogravimetría (rampa de temperatura desde la temperatura ambiente hasta 950 °C, a razón de 5 °C/min bajo nitrógeno). Algunos resultados que corresponden a las condiciones operatorias extremas de este plan de experimentos se indican en la tabla que sigue.

- 35 Después, se han realizado otros dos ensayos de carbonatación en condiciones bastante comparables, pero ajustando las condiciones de carbonatación a las condiciones óptimas determinadas durante el plan de experimentos. Las condiciones operatorias y los resultados de estos dos ensayos se indican en las dos últimas líneas de la tabla que sigue y demuestran que las condiciones determinadas según el plan de experimentos son las mejores porque han permitido la síntesis de productos de masa volúmica a granel más baja y de conductividad térmica más baja.

- 40 De manera general, sobre la base especialmente de los resultados presentados en esta tabla, se observa una relación entre el tamaño de las partículas en suspensión medido por granulometría láser y la conductividad térmica medida sobre el polvo procedente de dicha suspensión. Globalmente, la conductividad térmica tiene tendencia a ser tanto más baja cuanto más gruesas son las partículas en suspensión.

Condiciones operativas				Resultados						
Concentración de CO ₂ en la fase gaseosa (% vol.)	Caudal de CO ₂ (dm ³ /min/kg de dolomita)	Extracto seco de la suspensión antes de la carbonatación (% masa)	Temperatura (°C)	% Hidromagnesita	Masa volúmica a granel (kg/m ³)	Superficie específica (m ² /g)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	Conductividad térmica (mW/K/m)
Los extremos del plan de experimentos										
13,9	6,5	10	65	45,4	180,4	26,1	2,9	7,3	12,3	39,1
46,1	6,5	10	65	46,1	112,3	25,5	4,4	12,1	21,8	35,6
40	3,8	13	60	35,6	135,3	25,6	4,0	9,6	17,0	36,6
30	12,9	5,2	65	42,7	193,4	20,4	3,9	11,8	21,4	38,6
30	4,3	14,8	65	40,6	159,8	28,2	3,2	7,2	11,9	38,9
30	6,5	10	57	46,9	126,6	26,8	4,1	10,3	19,6	35,7
30	6,5	10	73	43,7	121,7	24,1	4,5	11,2	20,5	36,0
Nuevas síntesis según condiciones optimizadas por el plan de experimentos										
40	5,9	8,1	55	45,6	117,6	22,4	6,3	25,5	88,2	34,8
20	6,9	7,8	60	43,5	97,0	23,5	7,0	26,9	60,2	33,5

ES 2 568 035 T3

Se debe entender que la invención no se limita de ninguna forma a estos ejemplos y que se pueden aportar modificaciones en el marco de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Una composición mineral a base de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio de síntesis, formada por una parte cálcica cristalizada y por una parte magnésica cristalizada en forma de plaquetas, estando agregados los cristales de la parte cálcica y los de la parte magnésica en forma de agregados compuestos, y estando estos mismos agregados al menos parcialmente aglomerados en forma de aglomerados, comprendiendo dicha parte cálcica al menos un carbonato seleccionado entre el grupo constituido por la calcita, la aragonita y sus mezclas, y comprendiendo dicha parte magnésica la hidromagnesita en forma plaquetaria, presentando dicha fase sólida mixta de carbonatos de dicha composición mineral una masa volúmica a granel inferior o igual a 250 kg/m^3 y superior o igual a 80 kg/m^3 medida según la norma EN 459.2.
2. La composición mineral según la reivindicación 1, en la cual la parte magnésica comprende además uno o varios de otros compuestos magnésicos seleccionados del grupo constituido por la periclase, el oxihidróxido de magnesio y la brucita.
3. La composición mineral según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en la cual la parte cálcica comprende además el hidróxido de calcio, por ejemplo, en forma de portlandita.
4. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la cual la fase sólida mixta de dicha composición mineral presenta una superficie específica, medida por manometría de adsorción de nitrógeno y calculada según el método BET, superior o igual a $15 \text{ m}^2/\text{g}$.
5. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que comprende además una fase acuosa, estando dicha composición mineral en forma de suspensión o de pasta.
6. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la cual dicha composición mineral está en forma sólida, en particular pulverulenta, y presenta una tasa de humedad comprendida entre 0 y 4 % en peso de agua, con respecto al peso total de la composición.
7. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en la cual dicha hidromagnesita se representa por la fórmula $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ y está presente con un contenido comprendido entre 10 y 60 % en peso con respecto al peso de dicha fase sólida mixta.
8. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en la cual la parte cálcica está presente en una cantidad que va de 35 a 75 % en peso con respecto al peso total de la fase sólida mixta y en la cual la parte magnésica está presente en una cantidad que va de 25 a 65 % en peso con respecto al peso total de la fase sólida mixta.
9. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en la cual la fase sólida mixta presenta una relación molar Ca/Mg comprendida entre 0,4 y 1,2.
10. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 y 7 a 9, en la cual la fase sólida mixta está presente en una proporción comprendida en el intervalo que va de 5 a 65 % en peso con respecto al peso total de la composición y en la cual un medio líquido está presente en una proporción comprendida en el intervalo que va de 35 a 95 % en peso con respecto al peso total de la composición mineral.
11. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en la cual la masa volúmica a granel de la fase sólida mixta es inferior o igual a 200 kg/m^3 o superior o igual a 100 kg/m^3 .
12. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en la cual la conductividad térmica de la fase sólida mixta está comprendida entre 25 y 45 mW/K/m .
13. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en la cual dicha fase sólida mixta está compuesta de aglomerados molidos en partículas de tamaño inferior o igual a 2 mm.
14. La composición mineral según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizada por que los agregados de la fase sólida mixta están constituidos de un núcleo cálcico sobre el cual se agregan las plaquetas de hidromagnesita.
15. Un procedimiento de fabricación de una composición mineral a base de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio, que comprende

ES 2 568 035 T3

- i) una preparación de dolomita al menos parcialmente hidratada por calcinación de una dolomita cruda y después hidratación al menos parcial de la dolomita así calcinada,
 - ii) una puesta en suspensión en una fase acuosa de dicha dolomita al menos parcialmente hidratada, presentando esta suspensión una proporción comprendida entre 5 y 15 % en peso de materia sólida con respecto al peso total de la suspensión,
 - iii) una carbonatación de dicha dolomita en suspensión por inyección de un gas que contiene CO₂ en dicha suspensión calentada a una temperatura de 55 a 90 °C a un caudal de CO₂ de 2,5 a 15 dm³/min/kg de dicha materia sólida de la suspensión, con una disminución por etapas del pH de la suspensión hasta un valor inferior a 9 y, en paralelo, sucesivamente con una disminución de la conductividad eléctrica de la suspensión, y después una estabilización de ésta y finalmente un aumento de la conductividad eléctrica estabilizada, siendo parada la carbonatación cuando se observa este aumento de conductividad eléctrica,
 - iv) una obtención de una fase sólida mixta de carbonatos de calcio y de magnesio de síntesis formada por una parte cálcica cristalizada y por una parte magnésica cristalizada en forma de plaquetas, estando agregados los cristales de la parte cálcica y los de la parte magnésica en forma de agregados compuestos, y estando estos mismos agregados al menos parcialmente aglomerados en forma de aglomerados, comprendiendo dicha parte cálcica al menos un carbonato seleccionado entre el grupo constituido por la calcita, la aragonita y sus mezclas, y comprendiendo dicha parte magnésica la hidromagnesita en forma plaquetaria, presentando dicha fase sólida mixta de carbonatos de dicha composición mineral una masa volúmica a granel inferior o igual a 250 kg/m³, y superior o igual a 80 kg/m³, medida según la norma EN 459.2.
16. El procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado por que la dolomita cruda se encuentra, antes de calcinación, en un producto mineral dolomítico en asociación con una o más sustancias cálcicas, una o más sustancias magnésicas o una mezcla de estas sustancias formando una relación molar Ca/Mg comprendida entre 0,8 y 1,2 en el producto mineral dolomítico y por que la materia sólida de la suspensión obtenida después de las etapas de calcinación, hidratación y puesta en suspensión contiene, además de las partículas de dolomita al menos parcialmente hidratada, partículas semejantes a éstas, procedentes de las sustancias asociadas en el producto mineral dolomítico.
17. El procedimiento según una de las reivindicaciones 15 y 16, caracterizado por que la calcinación de la dolomita cruda es parcial y por que la materia sólida de la suspensión contiene una fracción de CaCO₃.
18. El procedimiento según una de las reivindicaciones 15 a 17, que comprende además una etapa de adición de MgO y/o de Mg(OH)₂ a dicha dolomita al menos parcialmente hidratada en suspensión o no, de manera que se obtiene una fase sólida mixta que presenta una relación molar Ca/Mg comprendida entre 0,4 y 1,2.
19. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 18, caracterizado por que la hidratación de la dolomita calcinada y la puesta en suspensión en una fase acuosa de la dolomita hidratada se efectúan en una sola etapa por extinción de la dolomita calcinada con un exceso de agua.
20. El procedimiento según una de las reivindicaciones 15 a 19, que comprende, además, en dicha suspensión carbonatada, una etapa de separación sólido-líquido entre dicha fase sólida mixta carbonatada y dicha fase acuosa.
21. El procedimiento según la reivindicación 20, en el cual dicha fase sólida mixta se seca a continuación.
22. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 21, en el cual dicha fase sólida mixta se muele para obtener partículas de tamaño inferior o igual a 2 mm.
23. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 22, en el cual dicha temperatura de carbonatación está comprendida entre 60 y 80 °C.
24. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 23, caracterizado por que el gas inyectado en dicha suspensión contiene CO₂ a una concentración de 10 a 100 % en volumen.
25. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 24, que comprende además un tamizado para un tamaño de partículas igual o inferior a 250 µm o una molienda para un tamaño de partículas inferior o igual a 90 µm de dicha materia sólida de la suspensión destinada a la carbonatación.
26. Utilización de una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, o de una composición

ES 2 568 035 T3

obtenida según el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 21, en materiales de construcción.

27. La utilización de una composición según la reivindicación 26, como constituyente de materiales de aislamiento térmico, en particular en paneles de aislamiento térmico.