

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 583 011**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

C01F 5/24 (2006.01)

D21H 17/70 (2006.01)

D21H 19/38 (2006.01)

D21H 17/67 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.11.2010** **E 10773085 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.04.2016** **EP 2496648**

54 Título: **Procedimiento para preparar hidromagnesita**

30 Prioridad:

03.11.2009 EP 09174954

10.11.2009 US 280918 P

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

16.09.2016

73 Titular/es:

OMYA INTERNATIONAL AG (100.0%)

**Baslerstrasse 42
4665 Oftringen, CH**

72 Inventor/es:

**POHL, MICHAEL;
RAINER, CHRISTIAN y
ESSER, MARKUS**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 583 011 T3

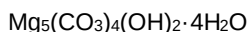
Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar 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

Procedimiento para preparar hidromagnesita

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar hidromagnesita en un entorno acuoso.

- 5 La hidromagnesita o el carbonato básico de magnesio, que es el nombre industrial convencional para la hidromagnesita, es un mineral que se produce de manera natural que se encuentra en minerales ricos en magnesio tales como serpentina y rocas ígneas alteradas ricas en magnesio, pero también como producto alterado de la brucita en mármoles periclásticos. La hidromagnesita se describe que tiene la siguiente fórmula:



- 10 Debe apreciarse que la hidromagnesita es una forma mineral muy específica de carbonato de magnesio y se produce de manera natural en forma de pequeños cristales similares a agujas o costras de cristales aciculares o con forma de hoja. Además de eso, debe apreciarse que la hidromagnesita es una forma única y diferenciada de carbonato de magnesio y es química, física y estructuralmente diferente de otras formas de carbonato de magnesio. La hidromagnesita puede distinguirse fácilmente de otros carbonatos de magnesio mediante análisis de difracción de rayos X, análisis termogravimétrico o análisis elemental. A menos que se describa específicamente como
- 15 hidromagnesita, todas las demás formas de carbonatos de magnesio (es decir, artinita ($\text{Mg}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), dipingita ($\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), giorgiosita ($\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), pokrovskita ($\text{Mg}_2(\text{CO}_3)(\text{OH})_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$), magnesita (MgCO_3), barringtonita ($\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), lansfordita ($\text{MgCO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) y nesquehonita ($\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)), no son hidromagnesita en el significado de la presente invención y no corresponden químicamente a la fórmula descrita anteriormente.

- 20 Además de la hidromagnesita natural, pueden prepararse hidromagnesitas sintéticas (o carbonatos de magnesio precipitados). Por ejemplo, los documentos US 1.361.324, US 935.418, GB 548.197 y GB 544.907, generalmente describen la formación de disoluciones acuosas de bicarbonato de magnesio (normalmente descrito como " $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ ") que luego se transforma mediante la acción de una base, por ejemplo, hidróxido de magnesio, para formar hidromagnesita. Otros procedimientos descritos en la técnica sugieren preparar composiciones que contienen
- 25 tanto hidromagnesita como hidróxido de magnesio, en los que el hidróxido de magnesio se mezcla con agua para formar una suspensión que se pone en contacto además con dióxido de carbono y una disolución acuosa básica para formar la mezcla correspondiente; véase por ejemplo el documento US 5.979.461

- Adicionalmente, se describen en la técnica procedimientos generales para preparar carbonato de magnesio. Por ejemplo, el documento EP 0 526 121 describe un material compuesto de carbonato de calcio y magnesio que
- 30 consiste en carbonato de calcio e hidróxido de carbonato de magnesio y un método para preparar el mismo. Además, el documento GB 594.262 se refiere a un método y aparato para tratar minerales que contienen magnesita, tales como materiales de carbonato de calcio y magnesio para obtener los respectivos carbonatos en formas discretas y separadas, mediante carbonatación controlada de tal manera que los carbonatos de magnesio y calcio puedan separarse mediante medios mecánicos y con la obtención de utilidades especiales en los productos
- 35 separados. El documento US 2007194276 describe un método de blanqueo reductor de una suspensión espesa mineral que comprende añadir a la suspensión espesa mineral de una cantidad eficaz de ácido formamidin-sulfónico (FAS) y una cantidad eficaz de borohidruro para blanquear de manera reductora la suspensión espesa mineral.

- El documento GB595284 da a conocer un procedimiento para preparar carbonato básico de magnesio. Se apaga
- 40 óxido de magnesio que puede producirse calcinando dolomía, magnesita, brucita, etc. mediante lo cual se obtiene una suspensión espesa que contiene óxido de magnesio e hidróxido de magnesio. Dicha suspensión espesa se somete a un procedimiento de carbonatación tratando la suspensión espesa con una corriente que comprende dióxido de carbono a una temperatura en el intervalo de 10 a 30°C. Las partículas de nesquehonita ($\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) de gran tamaño obtenidas pueden calentarse hasta una temperatura elevada para convertirlo en carbonato básico de magnesio.

- 45 En la práctica, la hidromagnesita se usa en grandes cantidades en las industrias del papel, el caucho y los plásticos para diversos fines tales como estucados, cargas, extendedores y pigmentos para la fabricación de papel, así como retardantes de llama en hilos y cables eléctricos, pero también para conferir resistencia a los productos químicos en fibras. Por ejemplo, los documentos EP 0 543 262, EP 0393 813, JP 21 50 436, JP 22 55 843, JP 51 70 984, JP 50 98 085 y KR 2003/0040953 describen composiciones retardantes de llama que comprenden hidromagnesita
- 50 en mezcla con otros compuestos de magnesio tales como huntita, dolomía y/o hidróxido de magnesio. En este contexto, la hidromagnesita en combinación con diversos compuestos de magnesio se añade habitualmente a una composición de resina para proporcionar resistencia a la llama y alta resistencia mecánica de modo que tales composiciones puedan usarse como material de cubierta o aislamiento para hilos o cables eléctricos, materiales cortafuegos, materiales de pared para diversas áreas tales como el sector de la automoción, para la producción de
- 55 carcasas para aparatos eléctricos o en el sector de la construcción.

En el documento WO 2009/008600, se describe otra aplicación para la hidromagnesita que se refiere a una fibra de elastano que contiene hidromagnesita y que presenta resistencia al cloro sin afectar a las propiedades intrínsecas del polímero de poliuretano. Además, el documento WO 97/09473 describe partículas que contienen elastano de una mezcla mineral de huntita e hidromagnesita, en las que el elastano se describe como que presenta una

disminución de la pegajosidad y un aumento de la resistencia a la degradación inducida por cloro.

Adicionalmente, la hidromagnesita, en combinación con otros compuestos de magnesio, se usa en las industrias del papel no sólo para conferir imprimibilidad, un alto brillo con alta opacidad, sino también lisura y lustre adecuados para productos de papel tales como revistas. A este respecto, el documento JP 2003/293291 describe papel estucado, producido disponiendo una capa de adhesivo y una de estucado que consiste principalmente en al menos una de huntita e hidromagnesita sobre papel base, en el que el papel estucado resultante tiene alto brillo, un alto efecto enmascarador de superficie y excelente idoneidad para impresión.

La hidromagnesita y otros compuestos de magnesio, por ejemplo carbonato de magnesio e hidróxido de magnesio, también pueden incorporarse como carga en papeles de envolver de artículos de fumador tales como cigarrillos o puros, con el fin de controlar muchas propiedades físicas o características tales como la liberación de alquitrán por inhalación, la velocidad de combustión, el recuento de inhalaciones, etc. Un aspecto particularmente importante de un artículo de fumador que puede controlarse mediante tal papel de envolver es el humo lateral, que es el humo que sale por el extremo encendido de un artículo de fumador entre inhalaciones. Sin embargo, como tal humo puede ser objetable para otras personas en las cercanías del fumador, se han realizado varios intentos para reducir tal humo lateral mediante el uso de diversos compuestos de magnesio. Por ejemplo, el documento US 5.092.306 se refiere a un envoltorio de artículo de fumador y, en particular, papel de cigarrillos, que usa magnesita como composición de carga. Otros han usado mezclas físicas de hidróxido de magnesio e hidromagnesita, por ejemplo los documentos US 5.927.288 y US 5.979.461, mientras otros han realizado intentos para desarrollar composiciones en las que la cantidad de hidróxido de magnesio se reduce reemplazando este hidróxido por otros compuestos de magnesio. Por ejemplo, el documento US 5.253.660 da a conocer un envoltorio de cigarrillos o puros en la que la carga del papel consiste en dos minerales intermezclados homogéneamente, concretamente huntita e hidromagnesita, solos o mezclados con carbonato de calcio o hidróxido de magnesio, o carbonato de calcio e hidróxido de magnesio y carbono.

Sin embargo, con respecto a las posibles aplicaciones mencionadas anteriormente de la hidromagnesita, debe observarse que existen restricciones significativas con respecto a la idoneidad de las correspondientes partículas de carga o su campo de aplicación. La hidromagnesita obtenida a partir de fuentes naturales o preparada mediante procedimientos descritos en la técnica anterior para su uso como carga o estucados en aplicaciones de papel, en artículos de fumador y/o como retardante de llama, tiene habitualmente un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 5 μm o más. En este contexto, debe observarse que el grosor de, por ejemplo, papeles de envolver para artículos de fumador, está generalmente en el intervalo de aproximadamente 30 μm , de modo que la incorporación de hidromagnesita en los artículos de fumador a menudo no les confieren las propiedades deseadas como lisura sobre la superficie de tales artículos y, por tanto, las propiedades físicas y ópticas de los productos obtenidos no son siempre satisfactorias. Adicionalmente, tal como se conoce bien del caolín y su uso como estucado de superficie y carga en el campo de las aplicaciones de papel, la morfología de las partículas también desempeña un papel decisivo para conferir las propiedades ópticas y físicas deseadas tales como buena imprimibilidad, alto brillo y alta opacidad, porosidad moderada y una lisura y lustre favorables en productos de papel tales como revistas. Para muchas aplicaciones, una morfología en forma de escamas de las partículas es altamente favorable para obtener dichas propiedades. La provisión de partículas en forma de escamas que tienen un tamaño de partícula pequeño será específicamente ventajoso. En este contexto, además debe observarse que una trituración mecánica de las partículas no es habitualmente un método adecuado y eficaz para obtener pequeñas partículas de hidromagnesita.

Así, aún existe la necesidad en la técnica de proporcionar procedimientos alternativos para preparar hidromagnesita, en los que tales procedimientos deben ser sencillos y económicos y deben proporcionar la posibilidad de controlar parámetros particulares tales como el tamaño de partícula, en combinación con la morfología y la densidad de las partículas obtenidas.

Por consiguiente, es un objetivo de la presente invención proporcionar un procedimiento alternativo para preparar hidromagnesita, preferiblemente hidromagnesita que tiene una morfología específica en forma de escamas específica en combinación con una disminución de los tamaños de partículas. Otro objetivo de la presente invención puede considerarse como la provisión de un procedimiento para preparar hidromagnesita que tiene una alta densidad absoluta. Un objetivo adicional de la presente invención puede considerarse como la provisión de un procedimiento para preparar hidromagnesita que tiene propiedades ópticas mejoradas y específicamente un alto grado de blancura R457. Incluso un objetivo adicional de la presente invención puede considerarse como la provisión de un procedimiento que pueda llevarse a cabo de manera sencilla. Un objetivo todavía adicional de la presente invención puede considerarse como la provisión de un procedimiento que pueda llevarse a cabo en condiciones suaves y la hidromagnesita obtenida puede usarse directamente sin complejas y costosas etapas de procesamiento adicionales. Incluso otro objetivo de la presente invención puede considerarse como la provisión de un procedimiento en el que puede prepararse material de hidromagnesita con alto rendimiento. Pueden obtenerse

objetivos adicionales a partir de la siguiente descripción de la invención.

Con el fin de satisfacer la(s) necesidad(es) anterior(es), se proporciona un procedimiento según el contenido tal como se define en la reivindicación 1.

5 Se definen realizaciones ventajosas del método de la invención en las correspondientes reivindicaciones dependientes y la memoria descriptiva.

Según un aspecto de la presente solicitud, se proporciona un procedimiento para preparar hidromagnesita en un entorno acuoso según se define en la reivindicación 1.

10 Los inventores encontraron sorprendentemente que el procedimiento anterior permite la producción eficaz y controlada de hidromagnesita. Según el procedimiento de la presente invención, puede proporcionarse o prepararse directamente hidromagnesita que tiene una morfología en forma de escamas así como una disminución de los tamaños de partícula. Más precisamente, los inventores encontraron que la morfología así como los valores físicos de la hidromagnesita que se obtiene mediante dicho procedimiento pueden mejorarse mediante el control específico o el ajuste de las condiciones de procedimiento durante la preparación de dicha hidromagnesita. El procedimiento implica el apagado de una fuente de óxido de magnesio, seleccionada del grupo que consiste en dolomía, huntita y mezclas de las mismas. El hidróxido de magnesio resultante, en una etapa de procedimiento adicional, se somete a una reacción con dióxido de carbono gaseoso y/o aniones que comprenden carbonato dando como resultado nesquehonita precipitada como producto intermedio. La temperatura de carbonización, según una realización de la invención, debe controlarse y preferiblemente debe ser inferior a 35°C. Finalmente, se obtiene directamente hidromagnesita después de la transformación del producto intermedio precipitado mediante una etapa de tratamiento con calor. El producto intermedio precipitado así obtenido puede molerse antes de su procesamiento adicional. La hidromagnesita obtenida mediante el procedimiento de la invención proporciona varias características ventajosas, como tamaño de partícula pequeño en combinación con una morfología en forma de escamas y una alta densidad absoluta.

25 Ha de entenderse que para los fines de la presente invención, los siguientes términos tienen los siguientes significados:

“Hidromagnesita”, “carbonato básico de magnesio” o “hidróxido de carbonato de magnesio” en el significado de la presente invención define un material preparado de manera sintética de carbonato de magnesio con la fórmula química $Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$.

30 “Nesquehonita” en el significado de la presente invención define un material preparado de manera sintética de carbonato de magnesio con la fórmula química $MgCO_3 \cdot 3H_2O$ o $Mg(HCO_3)(OH) \cdot 2H_2O$.

El término “precipitación” en el significado de la presente invención se refiere a la formación de un material sólido en una disolución durante una reacción química.

35 Una “suspensión” o “suspensión espesa” en el significado de la presente invención comprende sólidos insolubles y agua y opcionalmente aditivos adicionales, y habitualmente contiene grandes cantidades de sólidos y, por tanto, es más viscoso y generalmente de mayor densidad que el líquido a partir del que se forma.

El término “apagado” o “apagar” en el significado de la presente invención se refiere a la hidratación de óxido de magnesio poniendo en contacto dichos compuestos con agua o humedad.

40 El término “calcinación” en el significado de la presente invención se refiere a un procedimiento de tratamiento térmico aplicado a materiales sólidos que provoca pérdida de humedad, reducción u oxidación, y la descomposición de carbonatos y otros compuestos dando como resultado un óxido del material sólido correspondiente.

El término “carbonatación” en el significado de la presente invención se refiere a un procedimiento en el que al menos un grupo hidróxido se reemplaza por carbonato.

45 El término “envejecimiento por calor” en el significado de la presente invención se refiere a un procedimiento de tratamiento térmico en el que cristales que tenían inicialmente un estado de energía interna más alto se someten a una transformación de fase, disolviéndose y redepositándose en cristales con un estado de energía interna más bajo.

50 Además, se describe hidromagnesita en el presente documento, en la que dicha hidromagnesita puede obtenerse mediante el procedimiento de la invención para preparar hidromagnesita. La hidromagnesita tiene preferiblemente una morfología en forma de escamas en combinación con una disminución del tamaño de partícula y propiedades físicas y ópticas mejoradas. Según un aspecto adicional, dicha hidromagnesita que puede obtenerse mediante el

procedimiento de la presente invención tiene una densidad aumentada. Según otro aspecto, la presente invención se refiere al uso de dicha hidromagnesita como mineral, carga y pigmento en aplicaciones de papel, pintura, caucho y plásticos, y a su uso como retardante de llama.

La al menos una fuente de óxido de magnesio comprende dolomía, huntita, o mezclas de las mismas.

- 5 Según otra realización preferida del procedimiento de la invención, el CO₂ gaseoso proviene de una fuente externa de CO₂ o de la recirculación de CO₂ o ambos. Según aún otra realización preferida del procedimiento de la invención, los aniones que comprenden carbonato se seleccionan del grupo consistente en carbonato de sodio, carbonato de potasio, hidrogenocarbonato de sodio, hidrogenocarbonato de potasio o mezclas de los mismos.

- 10 Según una realización preferida del procedimiento de la invención, la temperatura inicial de la etapa d) se ajusta a una temperatura de entre 5°C y 35°C y lo más preferiblemente a una temperatura de entre 10°C y 30°C.

Según otra realización preferida de la presente invención, el envejecimiento por calor de la etapa e) se lleva a cabo a una temperatura de entre 110°C y 140°C, preferiblemente a una temperatura de entre 120°C y 135°C y lo más preferiblemente a una temperatura de aproximadamente 130°C.

- 15 Según aún otra realización preferida de la presente invención, la etapa de envejecimiento por calor se lleva a cabo durante un periodo de tiempo de 20 min a 60 min, preferiblemente durante un periodo de tiempo de 20 min a 40 min y lo más preferiblemente durante un periodo de tiempo de 25 min a 35 min.

La nesquehonita precipitada obtenida en la etapa d) puede molerse antes de la etapa de envejecimiento por calor de la etapa e).

- 20 La nesquehonita precipitada que puede obtenerse después de la molienda comprende partículas de las cuales al menos el 50% en peso tienen un tamaño de partícula promedio menor de 25 µm, más preferiblemente menor de 20 µm, incluso más preferiblemente menor de 15 µm y lo más preferiblemente menor de 10 µm.

La hidromagnesita que puede obtenerse mediante el procedimiento tiene un área específica BET de 10 m²/g a 150 m²/g, más preferiblemente de 10 m²/g a 100 m²/g y lo más preferiblemente de 20 m²/g a 70 m²/g.

- 25 La hidromagnesita que puede obtenerse mediante el procedimiento tiene un grado de blancura R457 de al menos el 80%, más preferiblemente de al menos el 85%, incluso más preferiblemente de entre el 85% y el 99% y lo más preferiblemente de entre el 85% y el 99%.

La hidromagnesita obtenida mediante el procedimiento comprende partículas que tienen un tamaño de partícula promedio d₅₀ menor de 20 µm, preferiblemente menor de 15 µm, más preferiblemente menor de 10 µm y lo más preferiblemente menor de 5 µm.

- 30 Según aún otra realización preferida de la presente invención, la hidromagnesita obtenida mediante el procedimiento se trata además con ácidos grasos, preferiblemente seleccionados del grupo que consiste en uno o más ácidos grasos seleccionados de ácido esteárico, ácido palmítico, ácido behénico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido isoesteárico y ácido cerótico.

- 35 La figura 1 muestra un diagrama de flujo simplificado que ilustra el procedimiento para preparar hidromagnesita según el procedimiento de la presente invención.

- 40 Tal como se expuso anteriormente, el procedimiento de la invención para preparar hidromagnesita que tiene propiedades ópticas y físicas mejoradas, comprende las etapas a), b), c), d) y e). A continuación se hace referencia a detalles adicionales de la presente invención y específicamente a las etapas anteriores del procedimiento de la invención para preparar suspensiones de carbonato de magnesio que tienen una morfología específica en combinación con una disminución del tamaño de partícula, así como excelentes propiedades ópticas y físicas. Los expertos en la técnica entenderán que muchas realizaciones descritas en el presente documento pueden combinarse o aplicarse en conjunto.

Caracterización de la etapa a): provisión de una fuente de óxido de magnesio.

- 45 Según la etapa a) del procedimiento de la presente invención, se proporciona al menos una fuente de óxido de magnesio seleccionada del grupo que consiste en dolomía, huntita y mezclas de las mismas.

Una fuente de óxido de magnesio preferida es dolomía, para la que es necesaria una etapa de calcinación para convertir los compuestos de magnesio contenido en el óxido de magnesio deseado.

Tal como se usa en el presente documento y tal como se define generalmente en la técnica, el valor de d_{50} se define como el tamaño en el que se explica el 50% (el punto medio) de la masa de partículas mediante partículas que tienen un tamaño de partícula igual al valor especificado.

En una realización preferida, la al menos una fuente de óxido de magnesio es dolomía que está compuesta simplemente por carbonato de calcio y magnesio ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) y por tanto representa un mineral que contiene magnesio. Para los fines de la presente invención, puede usarse cualquier variedad de dolomía disponible como la al menos una fuente de óxido de magnesio. Sin embargo, en una realización preferida, la dolomía es dolomía blanca que representa una dolomía relativamente pura que puede obtenerse o extraerse por ejemplo de depósitos de Hammerfall de talco noruegos. Con el fin de convertir el compuesto de magnesio, es decir los carbonatos, contenidos en dicha dolomía al menos parcialmente en óxido de magnesio, la dolomía se calcina preferiblemente a altas temperaturas, en el que dicha etapa de calcinación puede llevarse a cabo mediante cualquier procedimiento de calcinación convencional conocido por el experto en la técnica.

En una realización preferida, la dolomía se calcina a temperaturas de entre 900°C y 1200°C y más preferiblemente a una temperatura de entre 1000°C y 1100°C con el fin de obtener dolomía quemada ($\text{MgO} \cdot \text{CaO}$). Alternativamente, la dolomía se calcina a temperaturas de entre 600°C y 900°C , más preferiblemente de entre 600°C y 800°C y lo más preferiblemente a una temperatura de aproximadamente 750°C con el fin de obtener dolomía semiquemada ($\text{MgO} \cdot \text{CaCO}_3$). Las características químicas tales como reactividad de la dolomía semiquemada o quemada, es decir del óxido de magnesio obtenido, dependen principalmente de las temperaturas y los procedimientos de calcinación usados que conoce bien el experto en la técnica. Por ejemplo, si la dolomía se calcina a una temperatura en el intervalo de 1000°C a 1100°C con el fin de obtener dolomía quemada, dicha temperatura se mantiene preferiblemente durante un periodo de tiempo de entre 30 min y 120 min y lo más preferiblemente durante un periodo de tiempo de entre 45 min y 90 min, por ejemplo durante aproximadamente 60 min.

La dolomía sometida al procedimiento de calcinación tiene preferiblemente una distribución de tamaño tal como se emplea convencionalmente para el/los material(es) involucrado(s) en un procedimiento de calcinación correspondiente para obtener dolomía quemada o semiquemada. En este contexto, debe indicarse que la dolomía así como otros materiales que contienen magnesio, tales como, por ejemplo la magnesita usada como la al menos una fuente de óxido de magnesio según la presente invención, se encuentran habitualmente en forma de rocas y granos de diversos tamaños. Para obtener una cantidad suficiente de óxido de magnesio que tiene una alta reactividad suficiente y/o un área superficial específica suficiente, las rocas y/o los granos se trituran preferiblemente mediante una etapa de procesamiento mecánico antes de la calcinación de dichos materiales ricos en magnesio, dando como resultado una reducción del tamaño de grano original. Como resultado de la trituración, el tamaño medio de grano de las partículas obtenidas está preferiblemente en el intervalo de 1 mm a 250 μm , preferiblemente en el intervalo de 1 mm a 150 μm , incluso más preferiblemente en el intervalo de 1 mm a 100 μm y lo más preferiblemente en el intervalo de 1 mm a 75 μm . En una realización preferida, dichas partículas tienen preferiblemente un tamaño medio de grano en el intervalo entre 10 μm y 50 μm , tal como se mide mediante cribado en tamices de prueba analíticos de Retsch®, Alemania, y determinando las fracciones máxicas de los intervalos de tamaño seleccionados.

Tales etapas de trituración pueden, por ejemplo, realizarse en condiciones tales que resulta refinamiento predominantemente de impactos con un cuerpo secundario, es decir, en uno o más de un molino de perlas vertical, un molino de bolas, un molino de barras, un molino vibratorio, una machacadora de rodillos, un molino de impacto centrífugo, un molino de desgaste por rozamiento, un molino de espigas, un molino de martillos, un pulverizador, una desmenuzadora, una desaglomeradora, un cortador de cuchilla, o cualquier otro de tales equipos conocidos por el experto, o puede realizarse en condiciones tales que tenga lugar molienda autógena. En una realización preferida, tal etapa de trituración se lleva a cabo mediante molienda de rocas y granos de, por ejemplo, dolomía usando un molino de bolas.

En el caso en el que los materiales que contienen magnesio se han calcinado y se usan posteriormente como la fuente de óxido de magnesio correspondiente en la etapa c) del procedimiento de la presente invención, dicha etapa de trituración puede, alternativa o adicionalmente, llevarse a cabo después de que se haya calcinado dicho material que contiene magnesio, es decir, antes de la etapa c) del procedimiento de la presente invención. Si el óxido de magnesio y/o los minerales que contienen óxido de magnesio se usan como la al menos una fuente de óxido de magnesio, tal etapa de trituración puede realizarse también antes de la etapa c) del procedimiento de la presente invención. Tal trituración antes de la etapa c) del procedimiento de la presente invención se lleva a cabo preferiblemente si hay una distribución del tamaño de partícula de la fuente de óxido de magnesio que se considera demasiado amplia y/o si la mediana del diámetro de la fuente de óxido de magnesio es superior a 150 μm . Por consiguiente, las partículas de la fuente de óxido de magnesio usada en la etapa c) del procedimiento de la presente invención tienen preferiblemente un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} de 1 μm a 150 μm , más preferiblemente de 5 μm a 100 μm y lo más preferiblemente de 10 μm a 75 μm , tal como se mide mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia.

Caracterización de la etapa b): provisión de CO_2 gaseoso y/o aniones que comprenden carbonato

Según la etapa b) del procedimiento de la presente invención, se proporcionan CO_2 gaseoso y/o aniones que comprenden carbonato.

El dióxido de carbono proporcionado en la etapa b) puede ser cualquier forma de CO_2 gaseoso, por ejemplo, dióxido de carbono, un gas que contiene dióxido de carbono o ácido carbónico, es decir, dióxido de carbono disuelto en agua.

En una realización preferida, el CO_2 gaseoso se deriva del efluente gaseoso obtenido mediante calcinación de diversas fuentes de óxido de magnesio proporcionadas en la etapa a) del mismo procedimiento, es decir, el dióxido de carbono gaseoso se suministra mediante la recirculación de CO_2 . Mediante la calcinación de tales fuentes tales como carbonato de magnesio, por ejemplo, en forma de magnesita, una temperatura creciente durante el procedimiento de calcinación aumenta la cantidad de gas de dióxido de carbono liberado durante el procedimiento. Preferiblemente, el dióxido de carbono generado se ventila hacia fuera del recipiente de reacción ya que el óxido de magnesio obtenido tiene afinidad para absorber humedad, así como dióxido de carbono, de modo que el compuesto experimenta la reacción de vuelta al carbonato de magnesio. Estos gases contienen aproximadamente del 5% al 40% en volumen de CO_2 y se usan preferiblemente después de su purificación y, opcionalmente concentración o dilución del efluente gaseoso.

Adicional o alternativamente, el CO_2 puede suministrarse desde una fuente externa tal como desde un cilindro de acero o a partir de gases de combustión y/o gases de escape de procesos industriales que usan hornos y secaderos y/o a partir de reacciones adecuadas de sales de carbonato con ácidos, etc. Sin embargo, debe observarse que la fuente de dióxido de carbono proporcionada en la etapa b) del procedimiento de la invención no está particularmente limitada siempre que dicha fuente no contenga gas reactivo.

El dióxido de carbono gaseoso de la etapa b) puede proporcionarse en forma concentrada o en forma diluida. Si el dióxido de carbono gaseoso se proporciona en forma diluida, el dióxido de carbono se proporciona preferiblemente en mezcla con aire o similar.

En este caso, el dióxido de carbono gaseoso proporcionado en la etapa b) del procedimiento de la presente invención tiene, en términos de volumen, una concentración, por ejemplo, en el aire menor del 40% en volumen, más preferiblemente menor del 35% en volumen y lo más preferiblemente de entre el 10% en volumen y el 30% en volumen, basado en el volumen total de la composición gaseosa. El contenido mínimo de dióxido de carbono puede ser de aproximadamente el 8% en volumen, basado en el volumen total de la composición gaseosa.

Adicional o alternativamente, se proporcionan aniones que comprenden carbonato en la etapa b) del procedimiento de la presente invención. Los aniones que comprenden carbonato de la etapa b) pueden proporcionarse en cualquier forma de sales de carbonato que sean solubles en agua, es decir, se disuelvan en agua para formar una disolución homogénea. En una realización preferida, los aniones que comprenden carbonato se refieren a sales de carbonato, que cuando se mezclan con agua desionizada proporcionan una solubilidad mayor de 50 g/l a 20°C, preferiblemente mayor de 100 g/l a 20°C, más preferiblemente mayor de 150 g/l a 20°C y lo más preferiblemente mayor de 200 g/l a 20°C.

Por consiguiente, los aniones que comprenden carbonato de la etapa b) se seleccionan preferiblemente del grupo que comprende carbonatos alcalinos y/o hidrogenocarbonatos alcalinos, en los que el ion alcalino del carbonato alcalino y/o hidrogenocarbonato alcalino se selecciona de sodio, potasio y mezclas de los mismos. El carbonato de sodio, carbonato de potasio, hidrogenocarbonato de sodio, hidrogenocarbonato de potasio y mezclas de los mismos son aniones que comprenden carbonato preferidos de la etapa b) del procedimiento de la presente invención. En una realización preferida, los aniones que comprenden carbonato son carbonato de sodio.

En el contexto de la presente invención, el término "carbonato de sodio" incluirá carbonato de sodio en su forma anhidra, así como formas que contienen agua de cristalización (hidratos). En una realización preferida, el carbonato de sodio de la presente invención es carbonato de sodio anhidro (Na_2CO_3) o carbonato de sodio decahidratado ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$).

El término "carbonato de potasio" se refiere también a carbonato de potasio en su forma anhidra, así como formas que contienen agua de cristalización (hidratos). Preferiblemente, el carbonato de potasio de la presente invención es carbonato de potasio anhidro (K_2CO_3).

En el contexto de la presente invención, el término "hidrogenocarbonato de sodio" incluirá hidrogenocarbonato de sodio en su forma anhidra, así como formas que contienen agua de cristalización (hidratos). Preferiblemente, el hidrogenocarbonato de sodio de la presente invención es hidrogenocarbonato de sodio anhidro (NaHCO_3).

En el contexto de la presente invención, el término "hidrogenocarbonato de potasio" también incluirá hidrogenocarbonato de potasio en su forma anhidra, así como formas que contienen agua de cristalización (hidratos). Preferiblemente, el hidrogenocarbonato de potasio de la presente invención es hidrogenocarbonato de

potasio anhidro (KHCO_3).

En el caso de que se proporcionen aniones que comprenden carbonato en la etapa b) del procedimiento de la presente invención, dichos aniones que comprenden carbonato pueden proporcionarse en cualquier forma sólida apropiada, por ejemplo, en forma de gránulos o polvo. Alternativamente, los aniones que comprenden carbonato pueden proporcionarse en forma de una suspensión o disolución.

Caracterización de la etapa c): apagado de dicha fuente de óxido de magnesio de la etapa a)

Según la etapa c) del procedimiento de la presente invención, dicha al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se apaga para convertir al menos una parte del óxido de magnesio en hidróxido de magnesio.

“Apagado” en el significado de la presente invención, se refiere a un procedimiento en el que el óxido de magnesio se hidrata. Así, el término “apagado” se refiere a un procedimiento de adición de agua al óxido de magnesio para producir hidróxido de magnesio. Por consiguiente, las partículas de óxido de magnesio de la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) se hidratan en un procedimiento de apagado, que se lleva a cabo poniendo en contacto el óxido de magnesio de la al menos una fuente de óxido de magnesio con agua. Según el procedimiento de la invención, el óxido de magnesio se convierte al menos parcialmente en hidróxido de magnesio.

El agua que va a usarse en el procedimiento de apagado de la etapa c) puede ser cualquier agua disponible tal como agua del grifo y/o agua desionizada. Preferiblemente, el agua usada para el apagado de la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) es agua del grifo.

En una realización preferida de la presente invención, la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se añade al agua en una porción y/o de manera continua a lo largo de un periodo de 1 hora o menos, preferiblemente a lo largo de un periodo de 45 min o menos, más preferiblemente a lo largo de un periodo de 30 min o menos y lo más preferiblemente a lo largo de un periodo de 15 min o menos para producir o proporcionar un contenido de sólidos adecuado en la suspensión resultante. En otra realización preferida, la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se añade a agua a lo largo de un periodo de 10 min o menos para obtener un contenido de sólidos adecuado en la suspensión resultante. En una realización preferida adicional de la presente invención, la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se añade al agua en varias porciones para obtener un contenido de sólidos adecuado en la suspensión resultante, preferiblemente en de dos a cinco porciones, más preferiblemente en de dos a cuatro porciones, incluso más preferiblemente en dos o tres porciones y lo más preferiblemente en dos porciones.

En el caso en el que la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se añade al agua en varias porciones, la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se añade preferiblemente en porciones aproximadamente iguales al agua. Como alternativa, también es posible añadir la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) en porciones desiguales al agua, es decir, en porciones más grandes y más pequeñas. En una realización preferida, la porción más grande se añade en primer lugar seguido por la adición de la porción más pequeña de la al menos una fuente de óxido de magnesio a la suspensión resultante con el fin de apagar o hidratar la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a). En otra realización preferida, la porción más pequeña de la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se añade en primer lugar seguido por la adición de la porción más grande al agua con el fin de convertir la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) al menos parcialmente en hidróxido de magnesio.

La razón de la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) con respecto a agua se ajusta preferiblemente de tal manera que la suspensión desarrolle una viscosidad suficiente o adecuada. En una realización preferida, se usa un exceso considerable de agua, de modo que la razón de agua con respecto a la al menos una fuente de óxido de magnesio en la suspensión sea tal que la razón (volumen de agua) : (volumen de la al menos una fuente de óxido de magnesio) sea de desde 40:1 hasta 3:1, más preferiblemente desde 30:1 hasta 3:1 y lo más preferiblemente desde 20:1 hasta 3:1. En el caso en el que la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se seleccione de dolomía quemada, la razón de agua con respecto a dolomía quemada en la suspensión puede ser tal que la razón (volumen de agua) : (volumen de dolomía quemada) sea de desde 30:1 hasta 3:1, más preferiblemente desde 20:1 hasta 3:1 y lo más preferiblemente desde 10:1 hasta 3:1. En otra realización preferida, la suspensión acuosa resultante que comprende agua y la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) tiene un contenido de sólidos de entre el 1% en peso y el 20% en peso y lo más preferiblemente entre el 1,5% en peso y el 17,5% en peso, basado en el peso total de la suspensión.

En una realización preferida, dicha suspensión tiene un menor contenido de sólidos si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) tiene un mayor contenido de óxido de magnesio. El término “alto contenido” en el significado de la presente invención se refiere a una cantidad de óxido de magnesio o compuesto de magnesio que puede convertirse en óxido de magnesio en la fuente de óxido de magnesio correspondiente de al menos el 70% en peso, basado en el peso seco total de la fuente de óxido de magnesio.

En otra realización preferida, dicha suspensión puede tener un mayor contenido de sólidos si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) tiene un menor contenido de óxido de magnesio. El término "bajo contenido" en el significado de la presente invención se refiere a una cantidad de óxido de magnesio o compuesto de magnesio que puede convertirse en óxido de magnesio en el óxido de magnesio correspondiente de menos del 70% en peso, basado en el peso seco total seco de la fuente de óxido de magnesio. Por ejemplo, si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es un mineral que contiene óxido de magnesio que tiene un bajo contenido de óxido de magnesio y/o un material que contiene magnesio que tiene un bajo contenido de un compuesto de magnesio que puede convertirse en óxido de magnesio, el contenido de sólidos en la suspensión puede estar en el intervalo entre el 10% en peso y el 20% en peso, más preferiblemente en el intervalo entre el 10% en peso y el 17,5% en peso; y lo más preferiblemente en el intervalo entre el 12,5% en peso y el 17,5% en peso, basado en el peso total de la suspensión. Tal contenido de sólidos se ajusta preferiblemente si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) se selecciona de dolomía, huntita y mezclas de las mismas. Por ejemplo, si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es dolomía quemada obtenida mediante la calcinación dolomía, el contenido de sólidos en la suspensión está preferiblemente en el intervalo entre el 10% en peso y el 20% en peso, más preferiblemente en el intervalo entre el 12,5% en peso y el 17,5% en peso y lo más preferiblemente en el intervalo entre el 15% en peso y el 17,5% en peso, por ejemplo entre el 16% en peso el 17% en peso basado en el peso total de la suspensión.

Dependiendo de los equipos y las condiciones del emplazamiento, el procedimiento de apagado se lleva a cabo preferiblemente con agua que tiene una temperatura elevada con el fin de proporcionar pequeñas partículas de hidróxido de magnesio que tienen una alta superficie específica y, adicional o alternativamente, con el fin de obtener una velocidad de reacción suficiente. Además, como la temperatura del agua entrante puede afectar inversamente al tiempo necesario para llevar a cabo el procedimiento de apagado, debe evitarse preferiblemente una puesta en contacto de la al menos una fuente de óxido de magnesio con agua fría. En el caso en el que entran en contacto agua fría y el óxido de magnesio, puede tener lugar una condición denominada "sumergido", dando como resultado partículas de hidróxido de magnesio que son muy gruesas y no muy reactivas. Por lo tanto, la temperatura del agua usada en el procedimiento de apagado debe ser preferiblemente superior a la temperatura ambiente, pero inferior al punto de ebullición del agua.

En una realización preferida, la temperatura del agua añadida al recipiente de reacción para el apagado de dicha al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) está preferiblemente en el intervalo entre 20°C y 90°C, más preferiblemente en el intervalo entre 30°C y 60°C y lo más preferiblemente en el intervalo entre 35°C y 55°C; por ejemplo 40°C o 50°C.

En el caso en el que la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es dolomía quemada obtenida mediante calcinación de dolomía, dicha temperatura está preferiblemente en el intervalo entre 35°C y 60°C, más preferiblemente en el intervalo entre 40°C y 55°C y lo más preferiblemente en el intervalo entre 45°C y 55°C; por ejemplo de aproximadamente 50°C.

Durante el procedimiento de apagado, la temperatura en el recipiente de reacción varía debido a la variación de la temperatura del agua, la reactividad del óxido de magnesio y la calidad del agua; por tanto, la temperatura de la suspensión puede ajustarse con frecuencia. Preferiblemente, la temperatura se controla de manera continua. Alternativamente, la temperatura puede controlarse repetidamente. En otra realización preferida, la temperatura de la suspensión no se ajusta mientras se lleva a cabo la etapa c) del procedimiento de la presente invención.

En una realización preferida, el procedimiento de apagado de la etapa c) se lleva a cabo mediante agitación de la suspensión. A este respecto, la agitación puede llevarse a cabo de manera continua o de manera discontinua. Sin embargo, como el grado de agitación durante el procedimiento de apagado puede tener un impacto sobre el hidróxido de magnesio obtenido, la suspensión se agita preferiblemente de manera continua. A este respecto, demasiada poca agitación puede dar como resultado una temperatura irregular dentro de la suspensión resultante en puntos calientes y fríos. Esta temperatura irregular puede dar como resultado cristales de gran tamaño, área superficial reducida y aglomeración de partículas; mientras que los puntos fríos darán como resultado sumergido o mayores cantidades de partículas no hidratadas de óxido de magnesio.

El procedimiento de apagado de la etapa c) del procedimiento de la presente invención se lleva a cabo preferiblemente hasta el punto en el que al menos una parte del óxido de magnesio contenido en la al menos una fuente de óxido de magnesio se convierte en sus hidróxidos respectivos, es decir hidróxido de magnesio. A este respecto, debe observarse que sólo una porción del óxido de magnesio contenido en la al menos una fuente de óxido de magnesio se convierte en el hidróxido de magnesio respectivo durante el procedimiento de apagado de la etapa c). Por ejemplo, si la al menos una fuente de óxido de magnesio se pone en contacto durante aproximadamente 15 min con el agua de apagado que tiene una temperatura de aproximadamente 40°C, la cantidad de óxido de magnesio convertido en hidróxido de magnesio está en el intervalo entre el 5% en peso y el 15% en peso; por ejemplo, aproximadamente el 10% en peso; es decir, el contenido de óxido de magnesio está en el intervalo entre el 85% en peso y el 95% en peso; por ejemplo, aproximadamente el 90% en peso, basado en el peso total de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio. Por el contrario, si la al menos una fuente de óxido de magnesio se pone en contacto durante aproximadamente 30 min con el agua de apagado que tiene una temperatura

de aproximadamente 40°C, la cantidad de óxido de magnesio convertido en hidróxido de magnesio está en el intervalo entre el 15% en peso y el 25% en peso; por ejemplo, aproximadamente el 20% en peso; es decir, el contenido de óxido de magnesio está en el intervalo entre el 75% en peso y el 85% en peso; por ejemplo, aproximadamente el 80% en peso, basado en el total peso de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio.

- 5 La mezcla de la al menos una fuente de óxido de magnesio y del hidróxido de magnesio obtenido mediante el apagado de dicha fuente de óxido de magnesio de la etapa a) a una temperatura del agua de 40°C y un periodo de apagado de 30 min, puede tener una razón (en peso de óxido de magnesio) : (peso de hidróxido de magnesio), que es preferiblemente de desde 10:1 hasta 2:1, más preferiblemente desde 8:1 hasta 3:1 y lo más preferiblemente desde 6:1 hasta 3:1. En este contexto, debe observarse que después de la conversión o la reacción del hidróxido de magnesio obtenido con el dióxido de carbono gaseoso y/o los aniones que comprenden carbonato de la etapa b),
- 10 óxido de magnesio adicional de la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) en la mezcla se convierte en hidróxido de magnesio que entonces también puede hacerse reaccionar con dióxido de carbono y/o aniones que comprenden carbonato. En otras palabras, el procedimiento de la invención puede llevarse a cabo con una mezcla de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio (que puede obtenerse a través de una reacción de
- 15 apagado parcial) en el que el óxido de magnesio restante se convierte sucesivamente en hidróxido de magnesio después de que el hidróxido de magnesio ya contenido en la mezcla inicial se hace reaccionar con el dióxido de carbono gaseoso y/o los aniones que comprenden carbonato de la etapa b). La al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) puede añadirse al agua para llevar a cabo el apagado de la etapa c) de la presente invención en varias porciones y/o de manera continua a lo largo del tiempo deseado para llevar a cabo el
- 20 procedimiento de la presente invención y/o hasta que se obtenga la cantidad deseada de producto resultante. En dicho procedimiento, puede ajustarse con frecuencia la cantidad de agua con el fin de obtener un contenido de sólidos y/o una viscosidad adecuados para llevar a cabo el procedimiento de la presente invención.

Debe observarse que en el caso en el que un mineral que contiene óxido de magnesio que tiene un bajo contenido de óxido de magnesio y/o un material que contiene magnesio que tiene un bajo contenido de un compuesto de magnesio que puede convertirse en óxido de magnesio se usa como fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a), dicho mineral y/o material comprende habitualmente un contenido de óxido de magnesio y/o de un compuesto de magnesio que puede convertirse en óxido de magnesio menor del 70% en peso, basado en el peso seco total de la fuente de óxido de magnesio; es decir, el material original comprende además otros compuestos tales como carbonatos, óxidos, hidróxidos, etc. de metales alcalinos y/o metales alcalinotérreos.

- 30 Por ejemplo, si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es dolomía, dicho mineral está hecho simplemente de carbonato de magnesio y carbonato de calcio. Sin embargo, los productos naturales de dolomía presentan no sólo composiciones variables con respecto a los compuestos específicos sino también composiciones variables con respecto a las razones de dichos carbonatos de magnesio y calcio que se producen en un amplio intervalo. La razón de carbonato de magnesio con respecto a carbonato de calcio en dolomía que se produce de manera natural es habitualmente tal que la razón (peso de carbonato de magnesio):(peso de carbonato de calcio) es de desde 2:1 hasta 1:2, más preferiblemente de 1,5:1 a 1:1,5 y lo más preferiblemente de aproximadamente 1:1.

Por tanto, usando dolomía como fuente de óxido de magnesio de la etapa a), la etapa de calcinación llevada a cabo previamente al apagado de la etapa c) no sólo da como resultado la conversión de carbonato de magnesio en óxido de magnesio sino también la conversión de carbonato de calcio en óxido de calcio en las razones correspondientes dependiendo de la dolomía usada. En el caso en el que una mezcla de este tipo de óxido de magnesio y óxido de calcio obtenidos se apague mediante la etapa c), dicho apagado convierte el óxido de magnesio al menos parcialmente en hidróxido de magnesio y además de eso, el óxido de calcio se convierte casi completamente en hidróxido de calcio; es decir mediante el apagado de la dolomía quemada en la etapa c) del procedimiento de la presente invención, se obtiene una mezcla que comprende hidróxido de magnesio, hidróxido de calcio, óxido de magnesio y óxido de calcio. El término "se convierte casi completamente" en el significado de la presente invención se refiere a una reacción en la que al menos el 99% en peso, más preferiblemente al menos el 99,2% en peso y lo más preferiblemente al menos el 99,5% en peso de un compuesto se convierte en el producto de reacción respectivo. Por ejemplo, si se apaga una mezcla de óxido de magnesio y óxido de calcio mediante la etapa c), dicho

40 apagado convierte al menos el 99% en peso de óxido de calcio, más preferiblemente al menos el 99,2% en peso y lo más preferiblemente al menos el 99,5% en peso, basado en el peso seco total del óxido de calcio, en hidróxido de calcio, mientras que el óxido de magnesio se convierte sólo parcialmente en hidróxido de magnesio.

El tiempo requerido para llevar a cabo el procedimiento de apagado de la etapa c) es el tiempo requerido para obtener una cantidad suficiente de hidróxido de magnesio mediante la hidratación / el apagado de la al menos una fuente de óxido de magnesio para llevar a cabo la etapa d) del procedimiento de la presente invención. Este tiempo depende principalmente de la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a).

En una realización preferida, la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) se apaga durante un periodo de tiempo más largo si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es un mineral que contiene óxido de magnesio que tiene un bajo contenido de óxido de magnesio y/o un material que contiene magnesio que tiene un bajo contenido de un compuesto de magnesio que puede convertirse en óxido

de magnesio. Dicho periodo de tiempo está preferiblemente en el intervalo entre 5 min y 60 min, más preferiblemente en el intervalo entre 10 min y 45 min y lo más preferiblemente en el intervalo entre 20 min y 40 min. Tal periodo de tiempo más largo se aplica preferiblemente si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) se selecciona de dolomía, huntita y mezclas de las mismas. Por ejemplo, si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es dolomía quemada obtenida mediante la calcinación de dolomía, dicho periodo de tiempo está preferiblemente en el intervalo entre 15 min y 50 min, más preferiblemente en el intervalo entre 15 min y 45 min y lo más preferiblemente en el intervalo entre 25 min y 40 min, por ejemplo aproximadamente 30 min.

Después de llevar a cabo la etapa c) de la presente invención, la mezcla obtenida de hidróxido de magnesio y óxido de magnesio se forma para dar una suspensión adecuada para llevar a cabo la etapa d). El contenido de sólidos global de esta suspensión está preferiblemente en el intervalo entre el 1% en peso y el 20% en peso, más preferiblemente entre el 1% en peso y el 15% en peso y lo más preferiblemente entre el 2% en peso y el 10% en peso, basado en el peso total de la suspensión obtenida en la etapa c). Si el hidróxido de magnesio se obtiene a partir de dolomía como la al menos una fuente de óxido de magnesio, el contenido de sólidos global de la suspensión está preferiblemente en el intervalo entre el 5% en peso y el 10% en peso, más preferiblemente en el intervalo entre el 6% en peso y el 10% en peso y lo más preferiblemente en el intervalo entre el 7% en peso y el 9% en peso; por ejemplo de aproximadamente el 8% en peso, basado en el peso total de la suspensión obtenida en la etapa c).

Adicional o alternatively, la suspensión obtenida que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio tiene preferiblemente una viscosidad menor de 1,000 mPa·s y lo más preferiblemente menor de 100 mPa·s, tal como se mide con un viscosímetro Brookfield DV-II a una velocidad de 100 rpm y equipado con un husillo LV-3. En el caso en el que la suspensión obtenida tiene un contenido de sólidos superior o inferior al intervalo deseado y/o la viscosidad de dicha suspensión es demasiado alta o baja, la suspensión puede diluirse con agua o concentrarse mediante cualquier procedimiento convencional conocido por el experto para obtener una suspensión de dicho contenido de sólidos y/o viscosidad deseados para las etapas del procedimiento posteriores.

La suspensión obtenida que contiene hidróxido de magnesio y óxido de magnesio tiene preferiblemente un pH mayor de 8, más preferiblemente mayor de 9 y más preferiblemente mayor de 10, tal como se mide según el método de medición descrito en la sección de ejemplos más adelante.

Caracterización de la etapa d) puesta en contacto del hidróxido de magnesio obtenido con dicho CO₂ gaseoso y/o aniones que comprenden carbonato.

Según la etapa d) del procedimiento de la presente invención, dicho hidróxido de magnesio obtenido de la etapa c) se mezcla con dicho CO₂ gaseoso y/o con aniones que comprenden carbonato de la etapa b) para convertir al menos una parte del hidróxido de magnesio en nesquehonita precipitada.

El hidróxido de magnesio está en forma de suspensión y consiste en agua, hidróxido de magnesio, óxido de magnesio sin reaccionar e impurezas normalmente asociadas con las suspensiones de hidróxido de magnesio, por ejemplo, sílice, óxido de calcio, hidróxido de calcio y otros compuestos de magnesio tales como carbonato de magnesio, etc.

En una realización preferida, dicha suspensión tiene un contenido de sólidos global de entre el 1% en peso y el 20% en peso, preferiblemente de como máximo el 15% en peso, más preferiblemente de como máximo el 10% en peso y lo más preferiblemente de entre el 1% en peso y el 8,5% en peso, basado en el peso total de la suspensión.

Si la suspensión que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio, se obtiene a partir de dolomía como la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a), el contenido de sólidos de hidróxido de magnesio y óxido de magnesio en dicha suspensión está en el intervalo entre el 1% y el 10% en peso, mas preferiblemente en el intervalo entre el 2,5% y el 5% en peso y lo más preferiblemente en el intervalo entre el 3% y el 5% en peso, por ejemplo en el intervalo entre el 3,5% en peso y el 4,5% en peso, basado en el peso total de la suspensión obtenida en la etapa c).

En una realización preferida, dicha suspensión obtenida mediante el apagado de dolomía como la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) comprende además hidróxido de calcio. En este caso, el contenido de sólidos de hidróxido de calcio en la suspensión está preferiblemente en el intervalo entre el 1% en peso y el 10% en peso, más preferiblemente en el intervalo entre el 2,5% en peso y el 5% en peso y lo más preferiblemente en el intervalo entre el 3% en peso y el 5% en peso, por ejemplo en el intervalo entre el 3,5% en peso y el 4,5% en peso, basado en el peso total de la suspensión obtenida en la etapa c). En otra realización preferida, el contenido de sólidos de dicha suspensión que comprende hidróxido de magnesio, óxido de magnesio e hidróxido de calcio está preferiblemente en el intervalo entre el 2% en peso y el 20% en peso, más preferiblemente en el intervalo entre el 2% en peso y el 10% en peso, incluso más preferiblemente en el intervalo entre el 5% en peso y el 10% en peso y lo más preferiblemente en el intervalo entre el 6% en peso y el 10% en peso, por ejemplo en el intervalo entre el 7% en peso y el 9% en peso, basado en el peso total de la suspensión obtenida en la etapa

c).

Adicional o alternatively, la razón de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio con respecto a hidróxido de calcio en la suspensión obtenida mediante el apagado de dolomía quemada como la al menos una fuente de óxido de magnesio en la etapa c) del procedimiento de la presente invención puede variar en un amplio intervalo. Sin embargo, en el caso de que la suspensión de la etapa c) se obtenga a partir de dolomía quemada como la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a), la razón de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio con respecto a hidróxido de calcio en la suspensión obtenida es preferiblemente tal que la razón (peso de óxido de magnesio e hidróxido de magnesio):(peso de hidróxido de calcio) es de desde 2:1 hasta 1:2, más preferiblemente de 1,5:1 a 1:1,5 y lo más preferiblemente de aproximadamente 1:1.

En una realización opcional, las partículas de la mezcla obtenida de hidróxido de magnesio y óxido de magnesio en la suspensión pueden separarse por su tamaño de partícula o de impurezas antes de la etapa d) del procedimiento. Preferiblemente, el hidróxido de magnesio se separa de las partículas que tienen un tamaño de partícula mayor de 300 μm y más preferiblemente de partículas que tienen un tamaño de partícula mayor de 200 μm mediante tecnologías de separación conocidas por el experto, por ejemplo, por tamices vibratorios y similares.

La etapa d) implica la puesta en contacto de la suspensión de hidróxido de magnesio y óxido de magnesio obtenido en la etapa c) con suficiente CO_2 gaseoso y/o aniones que comprenden carbonato proporcionados en la etapa b) hasta que al menos una parte del hidróxido de magnesio proporcionado se convierte en un precipitado cristalino de carbonato de magnesio (carbonato de magnesio precipitado). En este contexto, debe observarse que la formación del precipitado cristalino de carbonato de magnesio puede conducir a una conversión del óxido de magnesio restante en la suspensión en hidróxido de magnesio, que puede convertirse adicionalmente en dicho precipitado cristalino de carbonato de magnesio poniendo en contacto el hidróxido de magnesio obtenido con suficiente CO_2 gaseoso y/o aniones que comprenden carbonato proporcionados en la etapa b). La carbonatación continúa hasta que sustancialmente todo el magnesio precipita, de modo que la suspensión se compone casi totalmente de un precipitado cristalino de carbonato de magnesio. Dicho precipitado cristalino de carbonato de magnesio se caracteriza como que es nesquehonita que tiene la fórmula $\text{Mg}(\text{HCO}_3)(\text{OH}) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, que también puede describirse como $\text{MgCO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Los cristales de nesquehonita precipitada son del tipo prismático alargado que es típico para la nesquehonita.

Para poner en contacto la suspensión que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio obtenida en la etapa c) con dicho CO_2 gaseoso de la etapa b), el gas se burbujea preferiblemente a través de la suspensión. Burbujeando el CO_2 gaseoso a través de la suspensión, puede lograrse un mezclado suficiente mediante el flujo del gas en la suspensión, de modo que no se requiere una agitación adicional. Adicional o alternatively, la suspensión que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio se agita, lo que puede proporcionar un mezclado más meticuloso y por lo tanto un periodo de tiempo más corto para que se complete la conversión de hidróxido de magnesio en carbonato de magnesio, concretamente nesquehonita precipitada. En una realización preferida, la suspensión que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio se agita adicionalmente para garantizar un mezclado meticuloso de las partículas con el fin de proporcionar una cantidad suficiente de partículas de hidróxido de magnesio sin reaccionar para poner en contacto las partículas con dicho CO_2 . Tal agitación puede llevarse a cabo de manera continua o de manera discontinua, siempre que el mezclado proporcione una conversión suficiente de hidróxido de magnesio en carbonato de magnesio. En una realización preferida, la suspensión se agita preferiblemente de manera continua.

En una realización preferida, dicho CO_2 gaseoso se añade preferiblemente a la suspensión que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio burbujeando el dióxido de carbono a través de la suspensión a una velocidad constante. Dicha velocidad está preferiblemente en el intervalo entre 0,1 y 10 kg de CO_2/h por kg de óxido de magnesio, más preferiblemente en el intervalo entre 0,2 y 5 kg de CO_2/h por kg de óxido de magnesio y lo más preferiblemente en el intervalo entre 0,5 y 2 kg de CO_2/h por kg de óxido de magnesio.

Preferiblemente, la razón de suspensión que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio con respecto a CO_2 gaseoso en la suspensión acuosa es, en términos de volumen, tal que la razón (volumen de suspensión) : (volumen de CO_2 gaseoso es de desde 1:0,5 hasta 1:10 y lo más preferiblemente de 1:0,5 a 1:5. En una realización preferida, la razón de hidróxido de magnesio en la suspensión con respecto a CO_2 gaseoso es, en términos de volumen, tal que la razón (volumen de hidróxido de magnesio) : (volumen de CO_2 gaseoso) es de desde 1:2 hasta 1:100 y lo más preferiblemente de 1:5 a 1:50.

En una realización preferida, la carbonatación; es decir la conversión de hidróxido de magnesio se monitoriza mediante el cambio del valor de pH y/o la conductividad eléctrica y/o la temperatura y/o el contenido de CO_2 en el gas de salida con el fin de controlar el avance o que se completa la reacción.

Si dicho precipitado cristalino de carbonato de magnesio se obtiene a partir de dolomía quemada como la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a), el pH de la suspensión que comprende óxido de magnesio e hidróxido de magnesio e hidróxido de calcio antes de la etapa d) del procedimiento de la presente

invención está preferiblemente por encima de pH 11, aproximadamente alrededor de pH 12. En una realización preferida, el pH de la suspensión disminuye durante la puesta en contacto del hidróxido de magnesio obtenido de la etapa c) con dicho CO₂ gaseoso de la etapa b) de tal manera que la suspensión obtenida después de llevar a cabo la etapa d) del procedimiento tiene un pH en el intervalo entre 7 y 8, aproximadamente entre pH 7,5 y 8.

5 La temperatura proporcionada al comienzo de la etapa d) de la presente invención es decisiva para controlar la formación de la nesquehonita precipitada resultante o sus propiedades aunque la temperatura empleada pueda variar dentro de un intervalo específico. Por ejemplo, la temperatura inicial de la etapa de carbonatación proporcionada en la etapa d) puede ajustarse a una temperatura en el intervalo entre 5°C y 35°C y lo más preferiblemente en el intervalo entre 10°C y 30°C.

10 La temperatura en la suspensión preferiblemente puede controlarse y mantenerse a la temperatura inicial mientras se lleva a cabo la etapa d). A este respecto, debe observarse que el término "la temperatura se mantiene" durante dicha etapa del procedimiento en el significado de la presente invención se refiere a una temperatura que preferiblemente no supera la temperatura inicial en más de 5°C; es decir si la temperatura inicial se ajusta por ejemplo a una temperatura de 25°C, la temperatura durante la etapa del procedimiento no puede superar los 30°C.

15 Por ejemplo, si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es dolomía quemada obtenida mediante la calcinación de dolomía, dicha temperatura inicial al comienzo de la etapa d) del procedimiento está preferiblemente en el intervalo entre 20°C y 28°C y lo más preferiblemente en el intervalo entre 24°C y 26°C. Mientras se lleva a cabo la etapa d), la temperatura preferiblemente se controla y se mantiene entre 20°C y 30°C.

20 En otra realización preferida, se permite que se eleve la temperatura inicial de la etapa d) del procedimiento mientras se lleva a cabo la etapa d). Sin embargo, debido a la reacción exotérmica, la temperatura de la mezcla de reacción puede elevarse hasta temperaturas de 50°C y más. La temperatura máxima en esta realización del procedimiento es preferiblemente no mayor de 50°C y lo más preferiblemente la temperatura máxima alcanzada durante la etapa d) no es mayor de aproximadamente 45°C. Si se permite que se eleve la temperatura durante la etapa d), la temperatura inicial se ajusta preferiblemente en el intervalo de entre 5°C y 15°C. Por ejemplo, si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es dolomía quemada obtenida mediante la calcinación de dolomía, dicha temperatura inicial durante la etapa d) del procedimiento de la presente invención está preferiblemente en el intervalo entre 7°C y 15°C, más preferiblemente en el intervalo entre 10°C y 15°C y los más preferiblemente en el intervalo entre 11°C y 13°C. Mientras se lleva a cabo la etapa d), se permite que la temperatura se eleve de manera que la temperatura se eleve hasta una temperatura máxima de como máximo 50°C, preferiblemente entre 40°C y 45°C.

25 En el caso en el que la suspensión que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio obtenida en la etapa c) se pone en contacto con dichos aniones que comprenden carbonato de la etapa b), los aniones que comprenden carbonato se añaden preferiblemente a dicha suspensión en cualquier forma sólida apropiada, por ejemplo en forma de gránulos o polvo o en forma de una suspensión o disolución. En una realización preferida, la suspensión que comprende hidróxido de magnesio y óxido de magnesio se agita durante la adición de los aniones que comprenden carbonato, lo que puede proporcionar un mezclado más meticuloso y, por tanto, un periodo de tiempo más corto para que se complete la conversión de hidróxido de magnesio en carbonato de magnesio, concretamente nesquehonita precipitada. Tal agitación puede llevarse a cabo de manera continua o de manera discontinua siempre que el mezclado proporcione una conversión suficiente de hidróxido de magnesio en carbonato de magnesio. En una realización preferida, la suspensión se agita preferiblemente de manera continua. Preferiblemente, la concentración de los aniones que comprenden carbonato en la suspensión que comprende óxido de magnesio e hidróxido de magnesio es tal que la razón en peso de dicha suspensión : aniones que comprenden carbonato es de desde 300:1 hasta 10:1, más preferiblemente de 250:1 a 25:1, e incluso más preferiblemente de 200:1 a 50:1.

35 Llevando a cabo la etapa d) del procedimiento de la presente invención, se obtiene un producto intermedio precipitado poniendo en contacto la suspensión obtenida de hidróxido de magnesio de la etapa c) con el CO₂ gaseoso y/o los aniones que comprenden carbonato de la etapa b). El producto intermedio precipitado se caracteriza como que es nesquehonita que tiene la fórmula $Mg(HCO_3)(OH) \cdot 2H_2O$, que también puede describirse como que es $MgCO_3 \cdot 3H_2O$. Los cristales de nesquehonita precipitada obtenidos son de un tipo prismático alargado que es típico para la nesquehonita.

45 Por consiguiente, el tiempo requerido para llevar a cabo la carbonatación de la etapa d) es el tiempo requerido para una conversión casi completa del hidróxido de magnesio obtenido en la etapa c) en nesquehonita precipitada. Tal conversión casi completa de hidróxido de magnesio en nesquehonita precipitada se obtiene preferiblemente en el plazo de 4 horas, más preferiblemente en el plazo de 3 horas, incluso más preferiblemente en el plazo de 2 horas y lo más preferiblemente en el plazo de 90 min, calculado desde el inicio de la puesta en contacto del hidróxido de magnesio al menos parcialmente obtenido de la etapa c) con el CO₂ gaseoso y/o los aniones que comprenden carbonato.

La nesquehonita precipitada obtenida está preferiblemente en forma de una suspensión acuosa. Se ha encontrado que se prefiere una suspensión de nesquehonita precipitada que tiene un contenido de sólidos en la suspensión de

hasta el 50% en peso, preferiblemente entre el 1 y el 50% en peso, más preferiblemente entre el 1 y el 25% en peso y lo más preferiblemente entre el 5 y el 15% en peso, basado en el peso total de la suspensión. En el caso en el que la suspensión obtenida tiene un contenido de sólidos superior o inferior al intervalo deseado, la suspensión puede diluirse con agua o concentrarse mediante cualquier procedimiento convencional conocido por el experto para obtener una suspensión de dicho contenido de sólidos deseado para la etapa del procedimiento posterior.

En una realización opcional, las partículas de la nesquehonita precipitada obtenida en la suspensión pueden separarse por su tamaño de partícula o de impurezas antes de la etapa de envejecimiento por calor. En una realización preferida, la nesquehonita precipitada se separa de partículas que tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} mayor de 200 μm , más preferiblemente de partículas que tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} mayor de 150 μm y lo más preferiblemente de partículas que tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} mayor de 100 μm tal como se mide mediante tamizado y determinación de las fracciones másicas de los intervalos de tamaño seleccionados.

En este contexto, debe observarse que el valor del tamaño de partícula promedio d_{50} de la nesquehonita precipitada obtenida puede variar en un amplio intervalo pero, en general, las partículas de la nesquehonita precipitada obtenida tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} menor de 50 μm más preferiblemente menor de 35 μm , incluso más preferiblemente menor de 20 μm y lo más preferiblemente menor de 15 μm , tal como se determina mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia.

Si la nesquehonita precipitada de la etapa d) se obtiene a partir de dolomía quemada como la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a), la suspensión obtenida en la etapa d) puede comprender además carbonato de calcio precipitado (PCC). En este caso, la mezcla de las partículas obtenidas de nesquehonita precipitada y carbonato de calcio precipitado en la suspensión tiene preferiblemente un valor del tamaño de partícula promedio global d_{50} menor de 20 μm , más preferiblemente menor de 15 μm , incluso más preferiblemente menor de 10 μm y lo más preferiblemente menor de 7,5 μm , por ejemplo menor de 5 μm , tal como se determina mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia.

Las partículas de la nesquehonita precipitada obtenida en la suspensión pueden molerse antes de la etapa de envejecimiento por calor para proporcionar partículas que tienen un tamaño de partícula reducido y/o para proporcionar partículas de aproximadamente igual diámetro. La etapa de molienda puede llevarse a cabo con cualquier dispositivo de molienda convencional tal como un molino de molienda conocido por el experto. Las partículas de nesquehonita precipitada en la suspensión acuosa pueden molerse en húmedo en un molino de perlas vertical. Preferiblemente, la molienda en húmedo se lleva a cabo con un aporte de energía específico durante la molienda en el intervalo entre 10 kWh/tonelada seca y 500 kWh/tonelada seca, más preferiblemente con un aporte de energía específico durante la molienda en el intervalo entre 20 kWh/tonelada seca y 300 kWh/tonelada seca y lo más preferiblemente con un aporte de energía específico durante la molienda en el intervalo entre 50 kWh/tonelada seca y 200 kWh/tonelada seca, por ejemplo con un aporte de energía específico durante la molienda de aproximadamente 100 kWh/tonelada seca.

Sin embargo, en el caso en el que la mezcla de partículas de nesquehonita precipitada y carbonato de calcio precipitado obtenida a partir de dolomía quemada como la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se muele antes de la etapa de envejecimiento por calor, las partículas en la mezcla obtenida de nesquehonita precipitada y carbonato de calcio precipitado tienen preferiblemente un valor del tamaño de partícula promedio global d_{50} menor de 10 μm , más preferiblemente menor de 7,5 μm , incluso más preferiblemente menor de 5 μm y lo más preferiblemente menor de 3 μm , por ejemplo menor de 2,5 μm , tal como se determina mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia.

Debe indicarse además que si la nesquehonita precipitada de la etapa d) se obtiene a partir de dolomía quemada como la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a), la razón de nesquehonita precipitada y carbonato de calcio precipitado en la suspensión obtenida en la etapa d) del procedimiento de la presente invención puede variar en un intervalo amplio. Preferiblemente, la razón de nesquehonita precipitada con respecto a carbonato de calcio precipitado en la suspensión obtenida es preferiblemente tal que la razón (peso de nesquehonita precipitada):(peso de carbonato de calcio precipitado) es de desde 3:1 hasta 1:3, más preferiblemente de 2:1 a 1:2 y lo más preferiblemente de desde 1,5:1 hasta 1:1,5.

Adicional o alternativamente, puede añadirse un polisacárido a la suspensión antes de que se lleve a cabo la etapa d) del procedimiento de la presente invención; es decir, la suspensión que contiene la al menos una fuente de óxido de magnesio contiene dicho polisacárido durante la carbonatación de la etapa d). El polisacárido se selecciona preferiblemente del grupo que consiste en sorbitol, manitol, sacarosa y mezclas de los mismos. En una realización preferida, el polisacárido es sorbitol.

El polisacárido se añade preferiblemente a la suspensión en una cantidad de modo que esté contenido en la suspensión resultante en una concentración de entre el 0,001% en peso y el 5% en peso, más preferiblemente entre el 0,01% en peso y el 0,1% en peso y lo más preferiblemente entre el 0,05% en peso y el 0,75% en peso basado en

el peso total de la suspensión.

El polisacárido puede añadirse a la suspensión en cualquier forma sólida apropiada, por ejemplo, en forma de gránulos o polvo. Alternativamente, el polisacárido puede añadirse a la suspensión en forma de una suspensión o disolución.

5 Caracterización de la etapa e): tratamiento de la nesquehonita precipitada obtenida en una etapa de envejecimiento por calor.

Según la etapa e) del procedimiento de la presente invención, la nesquehonita precipitada de la etapa d) se trata mediante un envejecimiento por calor para obtener la hidromagnesita.

10 El término "envejecimiento por calor" en el significado de la presente invención se refiere a un procedimiento térmico en el que cristales, tales como de nesquehonita, que tienen inicialmente un estado de energía interno más alto se someten a una transformación de fase disolviéndose y redepositándose en cristales que tienen un estado de energía interna más bajo. El procedimiento da como resultado un producto cristalino final caracterizado por una mayor perfección de su estructura de red cristalina, una distribución del tamaño de partícula más estrecha, una mayor diferenciación de las partículas y una menor energía superficial.

15 El envejecimiento por calor de la nesquehonita precipitada obtenida en la etapa d) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo entre 110°C y 150°C, y 150°C, en el que el intervalo de temperatura refleja el periodo requerido para convertir la nesquehonita precipitada obtenida en hidromagnesita; es decir, cuanto mayor es la temperatura a la que se lleva a cabo el envejecimiento por calor, menor es el tiempo requerido para lograr una conversión casi completa de la nesquehonita precipitada en hidromagnesita o cuanto menor es la temperatura a la que se lleva a cabo el
20 envejecimiento por calor, mayor es el tiempo requerido para lograr una conversión casi completa de nesquehonita precipitada en hidromagnesita. Preferiblemente, la nesquehonita precipitada se mantiene a la temperatura de envejecimiento por calor durante un tiempo suficiente para provocar que la morfología de la nesquehonita se redisponga en la forma final de la hidromagnesita producto final. A este respecto, el periodo requerido para lograr una conversión casi completa en hidromagnesita partiendo de la nesquehonita precipitada varía entre 20-60 min
25 dependiendo de la temperatura aplicada durante dicha etapa de envejecimiento por calor.

El periodo de tiempo que debe mantenerse la nesquehonita precipitada a la temperatura de envejecimiento por calor para recrystalizarla en la nueva morfología que tiene un tamaño de partícula disminuido está determinado tanto por la morfología inicial de la nesquehonita precipitada como por la naturaleza y extensión de cualquier impureza presente en el carbonato de magnesio. Por ejemplo, cuando el material de nesquehonita precipitada tiene un tamaño de
30 partícula promedio inicial pequeño, el periodo de tiempo para dicha etapa de envejecimiento a aproximadamente 130°C es tan corto como, por ejemplo, de aproximadamente 30 min.

Para llegar a partículas específicamente pequeñas de hidromagnesita, el procedimiento de envejecimiento por calor para convertir la nesquehonita precipitada en hidromagnesita se lleva a cabo preferiblemente a temperaturas en el intervalo entre 110°C y 140°C, preferiblemente en el intervalo entre 120°C y 135°C y más preferiblemente a una
35 temperatura de aproximadamente 130°C.

Por ejemplo, si la temperatura de envejecimiento por calor de la nesquehonita precipitada se ajusta a una temperatura de aproximadamente 130°C, dicha temperatura se mantiene durante un periodo de tiempo mayor de entre 20 min y 60 min. En una realización preferida, la temperatura de envejecimiento por calor se mantiene durante un periodo de tiempo de entre 20 min y 40 min, más preferiblemente durante un periodo de tiempo de entre 25 y 35
40 min y lo más preferiblemente durante aproximadamente 30 min. La reacción de envejecimiento por calor puede monitorizarse midiendo el área superficial y/o la conductividad de la hidromagnesita a intervalos específicos.

En una realización opcional, se añade un agente de blanqueo a la suspensión de nesquehonita obtenida en la etapa d); es decir, dicho agente de blanqueo se añade antes de que se lleve a cabo el envejecimiento por calor de la etapa e). Adicional o alternativamente, el agente de blanqueo puede añadirse durante la etapa de carbonatación, es decir
45 durante la etapa en la que el hidróxido de magnesio obtenido de la etapa c) se pone en contacto con el CO₂ gaseoso de la etapa b).

En una realización preferida, el agente de blanqueo es ditionito de sodio. En una realización preferida adicional, el agente de blanqueo es ácido formamidinsulfínico. Alternativa o adicionalmente, pueden usarse otros agentes de blanqueo adecuados.

50 El agente de blanqueo se añade preferiblemente a la suspensión correspondiente en una cantidad de modo que esté contenido en la suspensión resultante de hidróxido de magnesio y nesquehonita precipitada, respectivamente, en una concentración de entre el 0,001% en peso y el 10% en peso, más preferiblemente de entre el 0,01% en peso y el 1% en peso y lo más preferiblemente de entre el 0,05% en peso y el 0,5% en peso, basado en el peso total de la suspensión.

El agente de blanqueo puede añadirse a la suspensión correspondiente en cualquier forma sólida apropiada, por ejemplo en forma de gránulos o polvo. Alternativamente, el agente de blanqueo puede añadirse a la suspensión correspondiente en forma de una suspensión o disolución.

5 Usando el procedimiento de la presente invención, es posible proporcionar partículas de hidromagnesita que tienen un tamaño de partícula específicamente disminuido. Preferiblemente, las partículas de hidromagnesita obtenidas tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} en el intervalo menor de 20 μm , preferiblemente menor de 15 μm , más preferiblemente menor de 10 μm y lo más preferiblemente menor de 5 μm tal como se determina mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia.

10 Si dicha hidromagnesita se obtiene a partir de una fuente de óxido de magnesio en forma de un mineral que contiene óxido de magnesio que tiene un bajo contenido de óxido de magnesio y/o un material que contiene magnesio que tiene un bajo contenido de un compuesto de magnesio que puede convertirse en óxido de magnesio, el contenido de la hidromagnesita en la suspensión resultante está preferiblemente en el intervalo entre el 20% en peso y el 70% en peso, basado en el peso total del contenido de sólidos en la suspensión. En el caso en el que la hidromagnesita se obtenga a partir de dolomía, el contenido de la hidromagnesita en la suspensión resultante puede estar por ejemplo en el intervalo entre el 30% en peso y el 60% en peso y más preferiblemente en el intervalo entre el 35% en peso y el 50% en peso, basado en el peso total del contenido de sólidos en la suspensión.

15 Adicionalmente, si la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a) es dolomía, debe indicarse que mediante el uso del procedimiento de la presente invención, se obtiene hidromagnesita en mezcla con carbonato de calcio precipitado, en el que la composición obtenida comprende hidromagnesita que tiene una morfología en forma de escamas y carbonato de calcio precipitado que tiene una morfología coloidal.

20 En el caso en el que se obtenga hidromagnesita en mezcla con carbonato de calcio precipitado, el contenido del carbonato de calcio precipitado en la suspensión resultante puede estar por ejemplo en el intervalo entre el 40% en peso y el 70% en peso y más preferiblemente en el intervalo entre el 50% en peso y el 65% en peso, basado en el peso total del contenido de sólidos en la suspensión.

25 Además, usando el procedimiento de la invención, es posible obtener partículas de hidromagnesita en mezcla con otras partículas que tienen un tamaño de partícula disminuido si la hidromagnesita se obtiene a partir de una fuente de óxido de magnesio en forma de un mineral que contiene óxido de magnesio que tiene un bajo contenido de óxido de magnesio y/o un mineral que contiene magnesio que tiene un bajo contenido de un compuesto de magnesio que puede convertirse en óxido de magnesio. Dicho procedimiento proporciona preferiblemente partículas de hidromagnesita en mezcla con otras partículas que tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} en el intervalo de hasta 15 μm preferiblemente en el intervalo de 0,1 μm a 10 μm , más preferiblemente en el intervalo de 0,5 μm a 5 μm y lo más preferiblemente en el intervalo de 1 μm a 4 μm por ejemplo, en el intervalo entre 3,25 μm y 3,5 μm tal como se determina mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia. Se obtienen preferiblemente partículas que tienen dichas características si la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) se selecciona de dolomía, huntita y mezclas de las mismas.

30 En una realización preferida, se obtienen preferiblemente partículas que tienen las características anteriores si la al menos una fuente de óxido de magnesio de la etapa a) es dolomía y lo más preferiblemente dolomía en forma de dolomía quemada y/o dolomía semiquemada.

La hidromagnesita que puede obtenerse mediante el procedimiento de la presente invención está preferiblemente en forma de una suspensión, en la que el contenido de sólidos puede ajustarse a cualquier contenido de sólidos adecuado para la aplicación en las industrias del papel, la pintura, el caucho y los plásticos. A este respecto, debe observarse que la hidromagnesita puede usarse directamente sin llevar a cabo a etapas de tratamiento adicionales.

45 La hidromagnesita en forma de suspensión puede tener un contenido de sólidos de hasta el 30% en peso, preferiblemente de entre el 1% en peso y el 20% en peso, más preferiblemente de entre el 5% en peso y el 15% en peso y lo más preferiblemente de entre el 7% en peso y el 11% en peso, basado en el peso total de la suspensión.

50 Dicha suspensión puede tener preferiblemente un valor de pH en el intervalo de 6 a 11, preferiblemente un valor de pH de 7 a 10,5 y más preferiblemente un valor de pH de 8,5 a 10,5. La viscosidad es preferiblemente menor de 2.500 mPa·s, más preferiblemente menor de 2.000 mPa·s y lo más preferiblemente menor de 1.750 mPa·s, tal como se mide con un viscosímetro Brookfield DV-II a una velocidad de 100 rpm y equipado con un husillo LV-3.

55 La fase acuosa de la suspensión de hidromagnesita puede reemplazarse por agua desionizada. En una realización opcional, la suspensión de hidromagnesita obtenida puede concentrarse, opcionalmente hasta el punto de obtener un producto de hidromagnesita seca. Si se seca la suspensión acuosa descrita anteriormente, los sólidos obtenidos (es decir, secos o que contienen tan poca agua que no está en forma fluida) de hidromagnesita pueden estar en

forma de gránulos o polvo. En el caso de un producto seco, este producto puede tratarse adicionalmente con ácidos grasos durante y/o antes y/o después del secado. Los ácidos grasos se seleccionan preferiblemente de ácido esteárico, ácido palmítico, ácido behénico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido isoesteárico y ácido cerótico.

- 5 La hidromagnesita obtenida a partir de las fuentes de óxido de magnesio mediante el procedimiento de la presente invención tiene una morfología en forma de escamas diferenciadas en combinación con un tamaño de partícula específicamente disminuido y, por tanto, permite aplicaciones fáciles y económicas en las industrias del papel, la pintura, el caucho y los plásticos. Las partículas de la hidromagnesita obtenida según la presente invención, tienen una distribución del tamaño de partícula, en las que las partículas obtenidas tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} en el intervalo menor de 20 μm preferiblemente menor de 15 μm , más preferiblemente menor de 10 μm y lo más preferiblemente menor de 5 μm . En una realización preferida, el procedimiento de la presente invención puede proporcionar partículas de hidromagnesita que tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} menor de 20 μm , preferiblemente en el intervalo de 0,1 μm a 15 μm , más preferiblemente en el intervalo de 0,5 μm a 10 μm y lo más preferiblemente en el intervalo de 1 μm a 5 μm , por ejemplo en el intervalo entre 4,75 μm y 5 μm . En otra realización preferida, el procedimiento de la presente invención puede proporcionar hidromagnesita partículas que tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} en el intervalo de hasta 15 μm , preferiblemente en el intervalo de 0,1 μm a 10 μm , más preferiblemente en el intervalo de 0,5 μm a 5 μm y lo más preferiblemente en el intervalo de 1 μm a 4 μm por ejemplo, en el intervalo entre 3,25 μm y 3,5 μm , tal como se determina mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia.
- 20 En una realización preferida, la hidromagnesita obtenida proporciona o muestra una densidad absoluta superior a 2,25 g/cm³, más preferiblemente la densidad es de entre 2,26 g/cm³ y 2,40 g/cm³, incluso más preferiblemente la densidad es de entre 2,26 g/cm³ y 2,35 g/cm³ y lo más preferiblemente la densidad es de entre 2,26 g/cm³ y 2,32 g/cm³. Por ejemplo, si la hidromagnesita se obtiene a partir de magnesita calcinada caustica según la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a), la densidad de la hidromagnesita puede ser de aproximadamente 2,29 g/cm³.
- 25

En otra realización preferida, la hidromagnesita obtenida proporciona un área superficial específica BET de 10 m²/g a 150 m²/g, más preferiblemente de 10 m²/g a 100 m²/g y lo más preferiblemente de 20 m²/g a 70 m²/g tal como se mide usando nitrógeno y el método BET según la norma ISO 9277.

- 30 En el caso en el que la hidromagnesita se obtenga a partir de dolomía quemada como la al menos una fuente de óxido de magnesio proporcionada en la etapa a), es decir la suspensión resultante de la etapa e) también comprende carbonato de calcio precipitado, dicha composición presenta preferiblemente un área superficial específica BET de 40 m²/g a 100 m²/g, más preferiblemente de 45 m²/g a 80 m²/g y lo más preferiblemente de 50 m²/g a 70 m²/g, por ejemplo de 55 m²/g a 65 m²/g tal como se mide usando nitrógeno y el método BET según la norma ISO 9277.

- 35 En otra realización preferida, la hidromagnesita obtenida tiene un área superficial específica BET dentro del intervalo de 20 a 50 m²/g y las partículas tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} menor de 20 μm , preferiblemente en el intervalo de 0,1 μm a 15 μm , más preferiblemente en el intervalo de 0,5 μm a 10 μm y lo más preferiblemente en el intervalo de 1 μm a 5 μm , por ejemplo, en el intervalo entre 4,75 μm a 5 μm , tal como se determina mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia.
- 40

- Incluso más preferiblemente, el área superficial específica BET está dentro del intervalo de 45 a 80 m²/g y las partículas tienen un valor del tamaño de partícula promedio d_{50} en el intervalo de hasta 15 μm , preferiblemente en el intervalo de 0,1 μm a 10 μm , más preferiblemente en el intervalo de 0,5 μm a 5 μm y lo más preferiblemente en el intervalo de 1 μm a 4 μm , por ejemplo, en el intervalo entre 3,25 μm y 3,5 μm , tal como se determina mediante difracción láser usando el instrumento analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, Francia.
- 45

- Además, se prefiere que la hidromagnesita obtenida tenga un grado de blancura R457, medido según la norma ISO 2469, de al menos el 80%, más preferiblemente de al menos el 85%, incluso más preferiblemente de entre el 85% y el 99% y lo más preferiblemente de entre el 85% y el 99%. En otra realización preferida, la hidromagnesita obtenida tiene un grado de blancura R457, medido según la norma ISO 2469, de al menos el 89% y más preferiblemente de entre el 89% y el 99%. En una realización preferida adicional, la hidromagnesita obtenida tiene un grado de blancura R457, medido según la norma ISO 2469, de al menos el 93%. Adicional o alternativamente, la hidromagnesita obtenida mediante el procedimiento de la presente invención tiene un índice de amarilleamiento según la norma DIN 6167 menor de 5, más preferiblemente menor de 4 y lo más preferiblemente menor de 3.
- 50

- Si la hidromagnesita se proporciona en forma de suspensión, la hidromagnesita se dispersa opcionalmente. Pueden usarse dispersantes convencionales conocidos por el experto. El dispersante puede ser aniónico o catiónico. Un dispersante preferido es uno basado en poli(ácido acrílico). Tales dispersantes se dosifican preferiblemente de modo
- 55

que representen aproximadamente del 0,3% en peso a aproximadamente el 3% en peso, basado en el peso total de dicha hidromagnesita.

La hidromagnesita así obtenida puede usarse en papel, papel tisú, plásticos o pinturas. En particular, dicha hidromagnesita puede usarse como carga mineral y/o para estucado de papel y en particular como carga mineral en envoltorios de papel para artículos de fumador. En particular, composiciones de estucado y/o composiciones de carga mineral se caracterizan porque contienen hidromagnesita obtenida mediante el procedimiento de la presente invención y porque proporcionan propiedades ópticas mejoradas en comparación con composiciones que comprenden hidromagnesita de la técnica anterior. Papeles y, en particular, envoltorios de papel para artículos de fumador fabricados y/o estucados se caracterizan porque contienen dicha hidromagnesita obtenida mediante el procedimiento de la presente invención. Como otra ventaja, la hidromagnesita obtenida mediante el procedimiento de la presente invención puede usarse directamente en una aplicación de fabricación de papel sin la retirada de, por ejemplo, impurezas tales como otras sales o compuestos coloreados. Además, la hidromagnesita obtenida puede usarse como retardante de llama al tener propiedades no conductoras y funciones adicionales como aislantes eléctricos. Tales retardantes de llama pueden incorporarse en piezas eléctricas y electrónicas, materiales de construcción, tuberías de desagüe, canalones, piezas de automóviles, armarios para televisiones, ordenadores y equipos similares, perfiles y accesorios tales como accesorios para cables, interruptores eléctricos, selladores, yesos y pinturas. Los retardantes de llama que comprenden hidromagnesita pueden usarse por tanto preferiblemente en la industria de la edificación, barcos, aeronaves, trenes y vehículos.

Los siguientes ejemplos pueden ilustrar adicionalmente la invención, pero no pretenden restringir la invención a las realizaciones ejemplificadas.

Ejemplos

Métodos de medición

Los siguientes métodos de medición se usan para evaluar los parámetros facilitados en los ejemplos y las reivindicaciones.

Viscosidad Brookfield

Se determinó la viscosidad Brookfield de una suspensión con un viscosímetro Brookfield de tipo RVT equipado con un husillo LV-3 a una velocidad de 100 rpm y temperatura ambiente ($20 \pm 3^\circ\text{C}$).

Área superficial específica BET de un material

Se mide el área superficial específica BET mediante el método BET según la norma ISO 4652 usando nitrógeno, tras el acondicionamiento de la muestra mediante calentamiento a 250°C durante un periodo de 30 min. Antes de tales mediciones, se filtra la muestra, se lava y se seca a 110°C en un horno durante al menos 12 horas.

Distribución de tamaño de partícula (% en masa de partículas con un tamaño $< X$) y tamaño de partícula promedio (d_{50}) de un material particulado

Se determinan el tamaño de partícula promedio y la distribución másica del tamaño de partícula promedio mediante difracción láser, es decir la luz de un láser pasa a través de una suspensión y se calcula la distribución del tamaño de partícula a partir del patrón de difracción resultante. Se realiza la medición con un analizador del tamaño de partícula CILAS 920 de CILAS, Orleans, France.

El experto conoce bien el método y se usa comúnmente para determinar la distribución del tamaño de partícula de materiales particulados. Se lleva a cabo la medición mediante la dilución de la suspensión correspondiente (agua desionizada; disolución de pirofosfato de sodio al 0,1% en peso). Se dispersaron las muestras usando un agitador de alta velocidad y ultrasonidos.

pH de una suspensión acuosa

Se mide el pH de una suspensión acuosa usando un pHmetro convencional a aproximadamente 22°C .

Densidad de partículas sólidas

Se mide la densidad del producto usando un analizador de densidad convencional Micromeritics AccuPyc® comercializado por Micromeritics.

Contenido de sólidos en una suspensión acuosa

Se determina el contenido de sólidos de una suspensión (también conocido como “peso seco”) usando un analizador de humedad HR73 comercializado por Mettler-Toledo con los siguientes ajustes: temperatura de 120°C, apagado automático 3, secado convencional, 5-20 g de suspensión.

Ejemplo comparativo

- 5 El siguiente ejemplo comparativo ilustra la preparación de hidromagnesita mediante un procedimiento de la técnica anterior. Dicho procedimiento se lleva a cabo mediante el apagado de magnesita calcinada cáustica y la puesta en contacto el hidróxido de magnesio obtenido con CO₂ gaseoso para convertir el hidróxido de magnesio obtenido en hidromagnesita, en el que la carbonatación se lleva a cabo a una temperatura inicial de aproximadamente 60°C.

- 10 Se apagaron 90 kg de magnesita calcinada cáustica (Van Mannekus M95) mediante la adición de dicha magnesita a 1.700 litros de agua del grifo a 40°C en un reactor agitado. Se apagó la magnesita durante 15 min con agitación continua y se ajustó la suspensión resultante a un contenido de sólidos de aproximadamente el 5% a través de dilución con agua. Se llevó a cabo la carbonatación en un reactor cilíndrico de acero inoxidable con deflectores de 1.800 litros de capacidad, equipado con un agitador con gasificación, un tubo de carbonatación de acero inoxidable para dirigir una corriente gaseosa de dióxido de carbono/aire al impulsor y sondas para monitorizar el pH y la
- 15 conductividad de la suspensión. Se ajustó la suspensión obtenida en la etapa de apagado a una temperatura de 60°C y se añadió al reactor de carbonatación. Entonces se burbujeó un gas con el 26% en volumen de CO₂ en aire hacia arriba a través de la suspensión a una velocidad de 200 m³/h con una agitación de la suspensión espesa de 240 rpm. Durante la carbonatación, no se controló la temperatura de la mezcla de reacción. Después de 85 min (calculados desde el inicio de la introducción de dicho gas) se detuvo la introducción de gas. Se recuperó el producto
- 20 como una suspensión acuosa. En la columna A de la tabla 1, se facilitan características y propiedades físicas.

Ejemplo 1: (no según la invención)

- El siguiente ejemplo ilustrativo de la invención implica la preparación de hidromagnesita mediante el apagado de magnesita calcinada cáustica y la puesta en contacto del hidróxido de magnesio obtenido con CO₂ gaseoso para convertir el hidróxido de magnesio obtenido en hidromagnesita, en el que se realiza la carbonatación con una
- 25 temperatura inicial de aproximadamente 20°C a 25°C y una etapa de envejecimiento por calor posterior.

- Se apagaron 90 kg de magnesita calcinada cáustica (Van Mannekus M95) mediante la adición de dicha magnesita a 1.700 litros de agua del grifo a 40 °C en un reactor agitado. Se apagó la magnesita durante 15 min con agitación continua y se ajustó la suspensión resultante a un contenido de sólidos de aproximadamente el 5% a través de dilución con agua. Se llevó a cabo la carbonatación en un reactor cilíndrico de acero inoxidable con deflectores de
- 30 1.800 litros de capacidad, equipado con un agitador con gasificación, un tubo de carbonatación de acero inoxidable para dirigir una corriente gaseosa de dióxido de carbono/aire al impulsor y sondas para monitorizar el pH y la conductividad de la suspensión. Se ajustó la suspensión obtenida en la etapa de apagado a una temperatura de aproximadamente 25°C y se añadió al reactor de carbonatación. Entonces se burbujeó un gas con el 26% en volumen de CO₂ en aire hacia arriba a través de la suspensión espesa a una velocidad de 200 m³/h con una
- 35 agitación de la suspensión espesa de 240 rpm. Durante la carbonatación, se controló la temperatura de la mezcla de reacción y se mantuvo entre 20-25°C. Después de 85 min(calculados desde el inicio de la introducción de dicho gas) se detuvo la introducción de gas. Inmediatamente después de la carbonatación, se molió en húmedo la suspensión resultante en un molino de perlas vertical a una velocidad de flujo de 320 litros/h, dando como resultado un consumo de energía específica de molienda de aproximadamente 100 kWh/tonelada seca. A la suspensión resultante, se le
- 40 añadieron 1,8 kg de ácido formamidinsulfónico (DegaFAS® de Degussa-Hüls). Luego se transfirió la suspensión espesa a un recipiente presurizado que se calentó hasta aproximadamente 130°C durante 30 min. Se recuperó el producto como una suspensión acuosa. En la columna B de la tabla 1, se facilitan características y propiedades físicas.

Ejemplo 2:

- 45 El siguiente ejemplo ilustrativo de la invención implica la preparación de hidromagnesita mediante la calcinación y el apagado de piedra de dolomía blanca y la puesta en contacto del hidróxido de magnesio obtenido con CO₂ gaseoso para convertir el hidróxido de magnesio obtenido en hidromagnesita, en el que se lleva a cabo la carbonatación con una temperatura inicial de aproximadamente 12°C y una etapa de envejecimiento posterior.

- Se machacaron piedras de dolomía blanca (Hamerfall A/S) para producir un tamaño de grano de 10 - 50 mm y se calcinaron en un horno rotatorio a 1050°C durante 60 min. Se molió la dolomía (CaO · MgO) quemada resultante en un molino de bolas para obtener un polvo con un tamaño medio de partícula de aproximadamente 40 µm (método de difracción láser de CILAS). Se apagaron 200 kg de dicha dolomía quemada mediante la adición a 1.000 litros de
- 50 agua del grifo a 50°C en un reactor agitado. Se apagó la dolomía quemada durante 30 min con agitación continua y se ajustó la suspensión resultante a un contenido de sólidos de aproximadamente el 8% a través de dilución con
- 55 agua. Se llevó a cabo la carbonatación en un reactor cilíndrico de acero inoxidable con deflectores de 1.800 litros de capacidad, equipado con un agitador con gasificación, un tubo de carbonatación de acero inoxidable para dirigir una

corriente gaseosa de dióxido de carbono/aire al impulsor, y sondas para monitorizar el pH y la conductividad de la suspensión. Se ajustaron 1.800 litros de la suspensión obtenida en la etapa de apagado a una temperatura de 12°C y se añadió al reactor de carbonatación. Entonces se burbujeó un gas con el 26% en volumen de CO₂ en el aire hacia arriba a través de la suspensión a una velocidad de 200 m³/h con una agitación de la suspensión espesa de 240 rpm. Durante la carbonatación, no se controló la temperatura de la mezcla de reacción y se permitió que se elevase debido al calor generado en la reacción exotérmica. Después de 85 min (calculados desde el inicio de la introducción de gas) se detuvo la introducción de gas. Luego se transfirió la suspensión a un recipiente presurizado y se calentó hasta aproximadamente 130°C durante 30 min. Se recuperó el producto como una suspensión acuosa. En la columna C de la tabla 1, se facilitan características y propiedades físicas.

Tabla 1: datos físicos

<u>columna ejemplo</u>			A comparativo	B 1	C 2
<u>área superficial específica BET</u>			42,6	34,4	55,9
<u>PSD</u>					
Tamaño de partícula promedio d ₅₀					
CILAS 920	μm		14,34	4,9	3,39
<u>Brillo (norma DIN 53140)</u>					
R457 (norma ISO 2469)	%		82,9	89,9	93,3
Índice de amarillo (norma DIN 6167)	%		7,4	0,5	1,1
<u>Contenido de sólidos</u>	%		9,4	9,7	7,8
<u>Viscosidad (Brookfield 100 rpm)</u>	mPas		30	1600	780
<u>pH de la suspensión espesa</u>			7,3	9,4	10,2
<u>Composición mineralógica XRD</u>					
Hidromagnesita	Mg ₅ (CO ₃) ₄ (OH) ₂ · 4(H ₂ O)	%	90,8	98,3	35,7
Nesquehonita	Mg(HCO ₃)(OH) · 2(H ₂ O)	%%			
Calcita	CaCO ₃	%	1,1	1,6	58,2
Dolomía	CaMg(CO ₃) ₂	%			
Brucita	Mg(OH) ₂	%	3,1		
Periclasa	MgO	%	5	0,1	

Tal como puede deducirse a partir de los datos mostrados en la tabla, el método de la invención conduce especialmente a productos que tienen un tamaño de partícula significativamente menor (tamaño de partícula promedio d₅₀).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para preparar hidromagnesita, en un entorno acuoso, comprendiendo el procedimiento las etapas de:
 - 5 a) proporcionar al menos una fuente de óxido de magnesio, en el que la al menos una fuente de óxido de magnesio se selecciona del grupo que consiste en dolomía, huntita y mezclas de las mismas;
 - b) proporcionar CO₂ gaseoso y/o aniones que comprenden carbonato;
 - c) apagar dicha fuente de óxido de magnesio de la etapa a) para convertir el óxido de magnesio al menos parcialmente en hidróxido de magnesio; en el que se obtiene una suspensión acuosa y en el que dicha suspensión
10 tiene un contenido de sólidos de entre el 1% en peso y el 20% en peso, basado en el peso total de la suspensión;
 - d) poner en contacto el hidróxido de magnesio obtenido de la etapa c) con dicho CO₂ gaseoso y/o aniones que comprenden carbonato de la etapa b) para convertir el hidróxido de magnesio al menos parcialmente en nesquehonita precipitada; y
 - 15 e) tratar la nesquehonita precipitada obtenida de la etapa d) en una etapa de envejecimiento por calor, en el que dicha etapa de envejecimiento por calor se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo entre 110°C y 150°C y durante un periodo de tiempo de 20 min a 60 min.
2. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el CO₂ gaseoso proviene de un suministro de CO₂ externo o de la recirculación de CO₂ o de ambos.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que los aniones que comprenden carbonato se seleccionan del
20 grupo que consiste en carbonato de sodio, carbonato de potasio, hidrogenocarbonato de sodio, hidrogenocarbonato de potasio o mezclas de los mismos.
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura inicial de la etapa d) se ajusta a una temperatura de entre 5°C y 35°C y lo más preferiblemente a una temperatura de entre 10°C y 30°C.
- 25 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa e) de envejecimiento por calor se lleva a cabo a una temperatura de entre 110°C y 140°C, preferiblemente a una temperatura de entre 120°C y 135°C y lo más preferiblemente a una temperatura de aproximadamente 130°C.
6. Procedimiento según la reivindicación 5, en el que la etapa de envejecimiento por calor se lleva a cabo durante un periodo de tiempo de 20 min a 40 min y lo más preferiblemente durante un periodo de tiempo de 25 min a 35 min.
- 30 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la hidromagnesita obtenida mediante el procedimiento se trata además con uno o más ácidos grasos, preferiblemente ácidos grasos seleccionados del grupo que consiste en uno o más ácidos grasos seleccionados de ácido esteárico, ácido palmítico, ácido behénico, ácido montánico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido isoesteárico y ácido cerótico.
- 35

Figura

