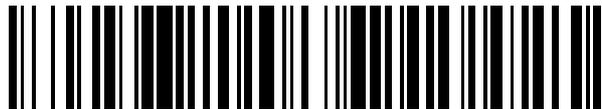


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 587 753**

51 Int. Cl.:

C04B 7/345 (2006.01)

C01B 33/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.07.2013 PCT/EP2013/002186**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.02.2014 WO14019656**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.07.2013 E 13741675 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.06.2016 EP 2880000**

54 Título: **Procedimiento para la obtención de silicato dicálcico**

30 Prioridad:

01.08.2012 DE 102012107022

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

26.10.2016

73 Titular/es:

**KARLSRUHER INSTITUT FÜR TECHNOLOGIE
(KIT) (100.0%)
Kaiserstrasse 12
76131 Karlsruhe, DE**

72 Inventor/es:

**HUNSINGER, HANS;
BEUCHLE, GÜNTER;
STEMMERMANN, PETER;
SCHWEIKE, UWE;
WARZYCHA, KAROLINA y
GARBEV, KRASSIMIR**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 587 753 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 la obtención de silicato dicálcico

5 La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de silicato dicálcico, preferentemente como α' - C_2S y silicato dicálcico amorfo, para empleo como agente aglutinante hidráulico o como sustancia de partida para la obtención de un agente aglutinante hidráulico. Silicato dicálcico en la forma γ - C_2S es inapropiado.

En este documento se emplea la notación habitual para cementos, en la que C representa CaO , S representa SiO_2 , A representa Al_2O_3 y H representa H_2O . En esta notación, por ejemplo el β -silicato dicálcico belita se representa mediante β - C_2S , ya que su relación molar calcio : silicio (Ca : Si) presenta un valor de 2 : 1, lo que corresponde a la indicación $2[\text{CaO}].[\text{SiO}_2] = \text{Ca}_2\text{SiO}_4$ en la notación habitual.

10 Cementos de belita, que contienen silicato dicálcico, son conocidos por la técnica de cementos, y se obtienen mediante procedimientos convencionales para la obtención de clinkers de cemento, requiriendo su obtención, no obstante, tanta energía como la obtención de cemento Portland. Las materias primas cal y dióxido de silicio se molturan a tal efecto, y se mezclan en una relación molar Ca : Si de aproximadamente 2. A continuación se desacidifica el producto en primer lugar a aproximadamente 800°C , y a continuación se cochura a
15 aproximadamente 1250°C en horno tubular giratorio. Tras el enfriamiento se moltura el clinker de belita producido junto con aditivos de molturación.

Según el documento DE 10 2005 037 771 B4, las sustancias de partida desacidificadas se molturan y se mezclan de modo que se presenta una mezcla con una relación molar C : S entre 1,5 : 1 y 2,5 : 1; un déficit de CaO eventual se debe compensar mediante la adición de cal viva o lechada de cemento. Mediante inoculación
20 del material de partida con gérmenes de cristalización de α' - $\text{Ca}_2[\text{HSiO}_4](\text{OH})$ y subsiguiente tratamiento hidrotérmico a aproximadamente 200°C se forma un producto intermedio que contiene α - $\text{Ca}_2\text{SiO}_4(\text{OH})_2$. Tras filtración y secado, este producto intermedio se transforma en un agente aglutinante que contiene belita, a temperaturas de cochura de 600°C a 900°C , y a continuación se moltura. Lo desventajoso de ello es el requisito de dos etapas de tratamiento térmico, es decir, una etapa hidrotérmica y la cochura. El producto obtenido con
25 este procedimiento presenta una inercia de reacción similar a la del material obtenido en el horno tubular giratorio.

Según el documento DE 10 2009 018 632 B4 se pone primeramente a disposición y se mezcla con agua un material de partida que contiene átomos de calcio (Ca), silicio (Si) y oxígeno, estando sustituido un 0-50 % de átomos de silicio por átomos de aluminio (Al), que están en una relación molar C : (S + A), en cuya
30 determinación no se consideran las fracciones modales de cal, sulfato de calcio y sulfato de calcio. El material de partida mezclado con agua de este modo se somete entonces a tratamiento hidrotérmico a una temperatura de 120 - 250°C , mediante lo cual el material de partida se transforma predominantemente en un producto intermedio. Mediante subsiguiente molturación de reacción del producto intermedio a una temperatura de 100 - 150°C en forma pura, o junto con otros materiales que contienen silicato, en un molino se produce al menos parcialmente
35 el agente aglutinante que contiene belita bajo reacción y deshidratación. Lo desfavorable de ello es que el carbonato de calcio no se puede emplear directamente en este procedimiento.

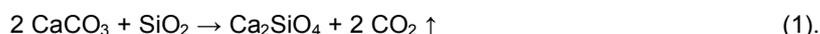
Según L. Kacimi et al.: "Synthesis of belite cement clinker of high hydraulic reactivity", CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, tomo 39, nº 7, 1 de Julio de 2009, páginas 559-565, DOI : 10,1016/J. CEMCONRES. 2009.09.004, se obtienen cementos de belita (silicato dicálcico) a partir de sustancias de partida, que contienen
40 carbonato de calcio y óxido de silicio con una relación molar C : S de 2, bajo adición de mineralizadores que contienen álcalis (a 1150°C , bajo adición de un 2 % de NaF).

Partiendo de ello, la tarea de la presente invención consiste en proponer un procedimiento para la obtención de silicato dicálcico, que no presente los citados inconvenientes y limitaciones.

45 En especial se debe indicar un procedimiento de tal naturaleza, que permita una obtención lo más eficiente posible desde el punto de vista energético de silicato dicálcico a partir de sustancias de partida habituales en la industria de la construcción.

Este problema se soluciona mediante los pasos de procedimiento de la reivindicación 1. Las reivindicaciones subordinadas describen en cada caso ejecuciones ventajosas de la invención.

50 Según la invención, la producción eficiente desde el punto de vista energético de silicato dicálcico a partir de sustancias de partida que contienen carbonato de calcio CaCO_3 y dióxido de silicio SiO_2 , se efectúa de modo especialmente preferente a una relación molar C : S de 2 : 1 según la fórmula aditiva (1)



55 La entalpía de reacción de esta reacción, con $\Delta H = 115 \text{ kJ/mol}$ de Ca, es menor, en aproximadamente un 35 %, que la descomposición térmica pura de carbonato de calcio CaCO_3 sin adición de SiO_2 según la fórmula aditiva (2)



que presenta una entalpía de reacción de $\Delta H = 178 \text{ kJ/mol}$ de Ca.

5 Para hacer reaccionar sustancias de partida, que contienen CaCO_3 y SiO_2 en una relación molar C : S de 1,5 : 1 a 2,5 : 1, preferentemente de 1,9 : 1 a 2,1 : 1, de modo especialmente preferente 2 : 1, lo más completamente posible para dar silicato dicálcico, es necesaria la adición de un coadyuvante de mineralización (agente mineralizante) en forma de una sal alcalina o alcalinotérrea inorgánica, preferentemente un carbonato, un hidrogenocarbonato, un fluoruro, un cloruro o una mezcla de los mismos, en especial de

- carbonato sódico Na_2CO_3 ,
- fluoruro sódico NaF,
- 10 - fluoruro potásico KF,
- fluoruro cálcico CaF_2 ,
- cloruro de magnesio MgCl_2 ,
- o una mezcla de los mismos,

15 y precisamente en una fracción de un 0,5 % en peso hasta un 20 % en peso inclusive, preferentemente de un 2 % en peso a un 10 % en peso inclusive, referido respectivamente a la suma de materiales de partida.

En un acondicionamiento preferente, en especial para la obtención selectiva de α'_L - β - C_2S y silicato dicálcico amorfo, las sustancias de partida se disponen en una proporción molar C : S de 1,9 a 2,1. Como coadyuvante de mineralización se añade

- un 0,5 a un 10 % en peso inclusive de Na_2CO_3 , o
- 20 - una mezcla de un 0,5 a un 5 % en peso inclusive de Na_2CO_3 , y un 0,5 a un 5 % en peso inclusive de CaF_2 , referido respectivamente a la suma de materiales de partida.

En una ejecución especialmente preferente, que proporciona el máximo rendimiento en α'_L - y/o β - C_2S , con costes simultáneamente mínimos, se emplea como coadyuvante de mineralización una mezcla de un 0,5 a un 1,5 % en peso inclusive de Na_2CO_3 , y un 0,5 a un 1,5 % en peso inclusive de CaF_2 .

25 En una ejecución alternativa, que proporciona el máximo rendimiento observado en α'_L - C_2S , se emplea como coadyuvante de mineralización una mezcla constituida por un 4 a un 6 % en peso inclusive de Na_2CO_3 , sin adición de CaF_2 .

El procedimiento según la invención se lleva a cabo

- 30 - en una atmósfera gaseosa con una presión parcial de CO_2 p_{CO_2} de 0,05 a 0,2 MPa inclusive, preferentemente de 0,08 a 0,12 MPa inclusive, y
- a temperaturas de 900 a 1100°C inclusive, preferentemente de 950 a 1050°C inclusive,
- preferentemente durante un intervalo de tiempo de 10 minutos a 5 horas inclusive, de modo especialmente preferente en el intervalo de 30 minutos a 1 hora inclusive.

35 En la reacción de calcinación de carbonato de calcio (véase la ecuación 1) se libera CO_2 puro. En el caso de calefacción de reactor externa, o de combustión integrada de oxifuel de combustibles que contienen carbono, la presión parcial de CO_2 p_{CO_2} corresponde aproximadamente a la presión total p_{ges} . En el caso de combustión integrada de oxifuel de combustibles que contienen C y H, la presión parcial CO_2 p_{CO_2} corresponde aproximadamente a la presión total p_{ges} del gas anhidro. De este modo, el CO_2 , tanto de la materia prima, como también del combustible, se puede utilizar directamente de manera conjunta, en caso dado tras secado, o eliminar alternativamente mediante almacenaje subterráneo (análogamente a *Carbon Dioxide Capture and Storage*, CCS).

40 En una ejecución especialmente preferente, el procedimiento se lleva a cabo de modo que al menos una parte de coadyuvantes de mineralización, que contienen álcalis, en especial Na_2CO_3 , se recupera de nuevo a partir de un producto de procedimiento, y se puede emplear de nuevo.

45 A tal efecto, el producto que contiene silicato dicálcico obtenido en el presente procedimiento se suspende preferentemente en agua, de modo preferente a una temperatura hasta 250°C, de modo que los compuestos que contienen álcalis contenidos en el mismo se descomponen y se disuelven predominantemente como hidróxidos alcalinos, para reaccionar entonces con dióxido de carbono CO_2 alimentado para dar carbonatos y/o hidrogenocarbonatos, por ejemplo para dar Na_2CO_3 y/o NaHCO_3 . Una vez efectuada la separación de carbonatos y/o hidrogenocarbonatos se efectúa su recirculación al procedimiento como coadyuvante de

mineralización.

5 El producto obtenido con el procedimiento según la invención muestra entonces una calidad especialmente elevada, en la medida en que presente un contenido en material de partida no transformado por debajo de un 5 % en peso, y un contenido en carbono total por debajo de un 1,5 % en peso, referido respectivamente a la suma de productos de procedimiento. El contenido en carbono total se define como la fracción ponderal de carbono en el producto de procedimiento total, incluyendo las fracciones de producto presentes en forma amorfa. El contenido en γ -C₂S se debe situar por debajo de un 5 % en peso.

El procedimiento según la invención presenta en especial las siguientes ventajas.

10 El procedimiento según la invención permite la obtención de silicato dicálcico eficiente desde el punto de vista energético, en especial con una relación molar Ca : Si con un valor lo más próximo posible a 2 : 2, a partir de materiales de partida habituales en la industria de la construcción, que contienen carbonato de calcio CaCO₃ y dióxido de silicio SiO₂. En función de la elección de los parámetros de procedimiento presión parcial de CO₂ y temperatura, así como del coadyuvante de mineralización, en el producto de procedimiento se puede ajustar el rendimiento en α' -, β -C₂S.

15 El silicato dicálcico obtenido con este procedimiento es apropiado en especial como material de partida para el procedimiento según el documento DE 10 2009 018 632 B4.

La invención se explica a continuación por medio de ejemplos de ejecución y figuras. En este caso, las figuras muestran en particular:

- 20 la **Fig. 1** reacción de los materiales de partida sin agente auxiliar de mineralización (**ejemplo comparativo**);
- la **Fig. 2** reacción de los materiales de partida bajo variación de la presión parcial de CO₂ en el caso de empleo de un 5 % en peso de Na₂CO₃ como coadyuvante de mineralización;
- la **Fig. 3** reacción de los materiales de partida bajo variación de la relación molar C : S en el caso de empleo de un 5 % en peso de Na₂CO₃ como coadyuvante de mineralización;
- 25 la **Fig. 4** reacción de los materiales de partida bajo variación del contenido en Na₂CO₃ como coadyuvante de mineralización;
- la **Fig. 5** reacción de los materiales de partida bajo variación de la temperatura en el caso de empleo de un 5 % en peso de Na₂CO₃ como coadyuvante de mineralización;
- 30 la **Fig. 6** contenido en carbono total con variación de la temperatura en el caso de empleo de un 5 % en peso de Na₂CO₃ como coadyuvante de mineralización;
- la **Fig. 7** reacción de los materiales de partida bajo variación de la temperatura en el caso de empleo de un 2 % en peso de KF como coadyuvante de mineralización;
- la **Fig. 8** reacción de los materiales de partida bajo variación del contenido en KF como coadyuvante de mineralización;
- 35 la **Fig. 9** reacción de los materiales de partida bajo variación de la temperatura en el caso de empleo de un 2 % en peso de NaF como coadyuvante de mineralización;
- la **Fig.10** reacción de los materiales de partida bajo variación del contenido en Ca₂F como coadyuvante de mineralización;
- 40 la **Fig. 11** reacción de los materiales de partida bajo variación de la presión parcial de CO₂ en el caso de empleo de una mezcla de un 1 % en peso de Na₂CO₃ y un 1 % en peso de CaF₂ como coadyuvante de mineralización;
- la **Fig. 12** reacción de los materiales de partida con Na₂CO₃ puro, o bien con Na₂CO₃, que se recuperó a partir de productos de procedimiento, como coadyuvante de mineralización.

En todos los ensayos se emplearon como materiales de partida las materias primas naturales

- 45 - piedra caliza como fuente de carbonato de calcio CaCO₃ y
- harina de cuarzo como fuente primaria de dióxido de silicio SiO₂, que presentan además otras sustancias constitutivas, por ejemplo Mg.

Para la harina de cuarzo empleada se determinó la siguiente composición por medio de análisis de fluorescencia de rayos X:

Óxido	% en peso
Al ₂ O ₃	0,052
CaO	0,017
K ₂ O	0,112
Na ₂ O	0,008
SiO ₂	97,74

Para la piedra caliza empleada se determinó la siguiente composición por medio de análisis de fluorescencia de rayos X:

Óxido	% en peso
CO ₂	42,8
Na ₂ O	0,02
MgO	0,48
Al ₂ O ₃	0,70
SiO ₂	1,84
P ₂ O ₅	0,37
SO ₂	0,07
K ₂ O	0,18
CaO	53,1
TiO ₂	0,04
Fe ₂ O ₃	0,34
SrO	0,03

5 Ejemplo Comparativo: Sin coadyuvante de mineralización

Como comparación se hicieron reaccionar los materiales de partida con una proporción molar C : S = 2 a una presión parcial de CO₂ (p_{CO2}) de 0,1 MPa durante 2 horas a temperaturas de 850-1100°C sin adición de un coadyuvante de mineralización.

10 Como se representa en la **Fig. 1**, en este ejemplo comparativo se pudo identificar solo a 1100°C un rendimiento en α_L-C₂S a un nivel de un 2,95 % en peso, mientras que el rendimiento en β-C₂S a través del citado intervalo de temperaturas aumenta de un 6,40 % en peso a un 15,59 % en peso con temperatura creciente. Se hallaron cantidades considerables de cuarzo no transformado, Ca y CaCO₃ en el producto de procedimiento. El contenido en carbono total se situaba por debajo de un 1,5 % en peso.

15 Ejemplo de realización 1: variación de la presión parcial de CO₂ en el caso de empleo de un 5 % en peso de Na₂CO₃ como coadyuvante de mineralización

En un primer ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales de partida con C : S = 2 a una presión parcial de CO₂ de 0,0065 – 0,25 MPa durante 2 horas a una temperatura de 1000°C, bajo adición de un 5 % en peso del coadyuvante de mineralización Na₂CO₃, referido a la suma de los materiales de partida.

20 Como se representa en la **Fig. 2**, ya a una baja p_{CO2} = 0,0065 MPa resulta un rendimiento en β-C₂S a un nivel de un 35,40 % en peso, que se redujo con presión creciente a un 29,03 % en peso en el caso de p_{CO2} = 0,1 MPa, y a un 8,90 % en peso en el caso de p_{CO2} = 0,25 MPa.

Como se representa además en la **Fig. 2**, a una baja p_{CO2} de solo 0,0065 MPa no se identificó un rendimiento en α_L-C₂S. Solo a partir de p_{CO2} = 0,05 MPa se observó un 18,52 % en peso de α_L-C₂S; el valor aumentó con

$p_{CO_2} = 0,1$ MPa a un 36,31 % en peso, y con $p_{CO_2} = 0,25$ MPa incluso a un 48,62 % en peso.

Como se representa finalmente en la **Fig. 2**, bajo adición de un 5 % en peso del coadyuvante de mineralización Na_2CO_3 a $1000^\circ C$ y $p_{CO_2} = 0,1$ MPa se produjo el máximo rendimiento total en α'_L - β - C_2S , con un valor de un 65,34 % en peso.

- 5 Ejemplo de realización 2: variación de la relación molar C : S en el caso de empleo de un 5 % en peso de Na_2CO_3 como agente auxiliar de mineralización

10 En un segundo ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales de partida con la relación molar C : S = 1, C : S = 2 y C : S = 3, respectivamente a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa durante 2 horas a una temperatura de $1000^\circ C$, bajo adición de un 5 % en peso del coadyuvante de mineralización Na_2CO_3 , referido a la suma de los materiales de partida.

Como se representa en la Fig. 3 con C : S = 2 se produjo el máximo rendimiento tanto en α'_L - C_2S , como también en β - C_2S , y con ello también en el rendimiento total.

Ejemplo de realización 3: variación del contenido en Na_2CO_3 como coadyuvante de mineralización

15 En un tercer ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales de partida con C : S = 2 a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa durante 2 horas a una temperatura de $1000^\circ C$, bajo adición del coadyuvante de mineralización Na_2CO_3 , variándose la fracción de Na_2CO_3 , referida a la suma de materiales de partida, de un 1 % en peso a un 10 % en peso.

20 Como se representa en la **Fig. 4**, en el caso de una fracción de coadyuvante de mineralización Na_2CO_3 al nivel de un 5 % en peso se produjo el máximo rendimiento, tanto en α'_L - C_2S , como también en β - C_2S , y con ello también en el rendimiento total, con un valor de un 65,34 % en peso.

Ejemplo de realización 4: variación de la temperatura en el caso de empleo de un 5 % en peso de Na_2CO_3 como coadyuvante de mineralización

25 En un cuarto ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales con C : S = 2 a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa durante 2 horas respectivamente a temperaturas de 850 - $1100^\circ C$, bajo adición de un 5 % en peso del coadyuvante de mineralización Na_2CO_3 , referido a la suma de materiales de partida.

Como se representa en la **Fig. 5**, entre $950^\circ C$ y $1050^\circ C$ resultaron rendimientos totales elevados como suma de los rendimientos de α'_L - β - C_2S al nivel de un 54,25 – 65,34 % en peso, determinándose como óptimo un rendimiento total de un 65,34 % en peso a $1000^\circ C$. A esta temperatura se reduce además el esfuerzo químico y térmico del material del reactor, y la demanda de energía en comparación con temperaturas más elevadas.

30 Como muestra igualmente la **Fig. 5**, el rendimiento total en α'_L - y β - C_2S aumenta de nuevo, lo que está vinculado, no obstante, a un esfuerzo químico y térmico más elevado del material del reactor, y a un gasto energético superior.

35 Como se desprende de la **Fig. 6**, el contenido en carbono total en el intervalo de temperaturas de 900 - $1100^\circ C$, referido a la suma de productos de reacción, se sitúa en el intervalo objetivo deseado, por debajo de un 1,5 % en peso, mientras que el mismo adopta aún un valor por encima del intervalo objetivo precedente a $850^\circ C$, con un 2 % en peso.

Ejemplo de realización 5: variación de la temperatura en el caso de empleo de un 2 % en peso de KF como coadyuvante de mineralización

40 En un quinto ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales de partida con C : S = 2 a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa durante 2 horas respectivamente a temperaturas de 850 - $1100^\circ C$, bajo adición de un 2 % en peso del coadyuvante de mineralización KF, referido a la suma de materiales de partida.

Como se representa en la **Fig. 7**, entre $900^\circ C$ y $1100^\circ C$ resultaron rendimientos elevados de β - C_2S al nivel hasta un 76,83 % en peso, mientras que el rendimiento en α'_L - C_2S se situaba por debajo de un 5 % en peso.

Ejemplo de realización 6: variación del contenido en KF como coadyuvante de mineralización

45 En un sexto ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales de partida con C : S = 2 a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa durante 2 horas respectivamente a una temperatura de $900^\circ C$, bajo adición del coadyuvante de mineralización KF, variándose la fracción de KF, referida a la suma de materiales de partida, de un 0,5 % en peso a un 5 % en peso.

50 Como se representa en la **Fig. 8**, con una fracción de coadyuvante de mineralización KF al nivel de hasta un 2 % en peso se produjo el máximo rendimiento en β - C_2S , con un valor de un 76,83 % en peso.

Ejemplo de realización 7: variación de la temperatura en el caso de empleo de un 2 % en peso de NaF como coadyuvante de mineralización

5 En un séptimo ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales de partida con $C : S = 2$ a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa durante 2 horas respectivamente a temperaturas de 850-1100°C, bajo adición de un 2 % en peso del coadyuvante de mineralización NaF, referido a la suma de materiales de partida.

Como se representa en la **Fig. 9**, entre 900°C y 1100°C resultaron rendimientos elevados de β -C₂S al nivel de hasta un 69,03 % en peso, mientras que el rendimiento en α'_L -C₂S se situaba bastante por debajo.

Ejemplo de realización 8: variación del contenido en CaF₂ como coadyuvante de mineralización

10 En un octavo ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales de partida con $C : S = 2$ a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa durante 2 horas respectivamente a una temperatura de 1000°C, bajo adición del coadyuvante de mineralización CaF₂, variándose la fracción de CaF₂, referida a la suma de sustancias de partida, de un 1 % en peso a un 5 % en peso.

15 Como se representa en la **Fig. 10**, con las fracciones empleadas de coadyuvante de mineralización CaF₂ resultaron rendimientos elevados en β -C₂S, mientras que los rendimientos en α'_L -C₂S se habían reducido hasta desaparecer.

Ejemplo de realización 9: variación de la presión parcial de CO₂ en el caso de empleo de una mezcla constituida por un 1 % en peso de Na₂CO₃ y un 1 % en peso de CaF₂ como coadyuvante de mineralización

20 En un noveno ejemplo de realización se hicieron reaccionar los materiales de partida con $C : S = 2$ a presiones parciales de CO₂ de 0,003 MPa, o bien de 0,1 MPa, durante 2 horas a una temperatura de 1000°C, bajo adición de una mezcla constituida por un 1 % en peso de Na₂CO₃ y un 1 % en peso de CaF₂ como coadyuvante de mineralización, referido a la suma de materiales de partida.

25 Como se representa en la **Fig. 11**, ya a una baja $p_{CO_2} = 0,003$ MPa resulta un rendimiento en β -C₂S a un nivel de un 13,06 % en peso, que aumentó claramente a un 58,01 % en peso en el caso de $p_{CO_2} = 0,1$ MPa. En comparación con las investigaciones a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa, en las que se empleó solo un 1 % en peso de Na₂CO₃ o solo un 1 % en peso de CaF₂ como coadyuvante de mineralización, el empleo de la mezcla constituida por un 1 % en peso de Na₂CO₃ y un 1 % en peso de CaF₂ como coadyuvante de mineralización condujo al máximo rendimiento observado en β -C₂S.

Ejemplo de realización 10: empleo de un 5 % en peso de Na₂CO₃ como coadyuvante de mineralización en forma pura, o bien en forma recuperada a partir de los productos de procedimiento

30 En un décimo ejemplo de ejecución se hicieron reaccionar los materiales de partida con $C : S = 2$ a $p_{CO_2} = 0,1$ MPa durante 2 horas a una temperatura de 1000°C, bajo adición de un 5 % en peso del coadyuvante de mineralización Na₂CO₃, referido a la suma de materiales de partida.

35 Como se representa en la **Fig. 12**, se produjeron las siguientes diferencias, según se empleara Na₂CO₃ puro o Na₂CO₃ que se había recuperado a partir de los productos de procedimiento. En el último caso está presente una fracción reducida de hidrogenocarbonato sódico, lo que conduce preferentemente a la formación de β -C₂S, mientras que la suma de α'_L -C₂S y β -C₂S permanece aproximadamente igual.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la obtención de silicato dicálcico a partir de materiales de partida que contienen carbonato de calcio CaCO_3 y dióxido de silicio SiO_2 , disponiéndose los materiales de partida con una relación molar calcio : silicio (C : S) de 1,5 : 1 a 2,5 : 1, caracterizado por que los materiales se hacen reaccionar en una atmósfera gaseosa con una presión parcial de CO_2 de 0,05 MPa a 0,2 MPa a temperaturas de 900°C a 1100°C, bajo adición de una sal inorgánica alcalina o alcalinotérrea, con una fracción de un 0,5 % en peso a un 20 % en peso, referido a la suma de materiales de partida, como coadyuvante de mineralización, y en este caso se alcanza un contenido en material de partida no transformado en el silicato dicálcico por debajo de un 5 % en peso, y un contenido en carbono total por debajo de un 1,5 % en peso.
- 5
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que los materiales de partida se disponen con una relación molar C : S de 1,9 : 1 a 2,1 : 1.
- 10
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que los materiales de partida se hacen reaccionar en una atmósfera gaseosa con una presión parcial de CO_2 de 0,08 MPa a 0,12 MPa.
- 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que los materiales de partida se hacen reaccionar a temperaturas de 950°C a 1050°C.
- 15
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el coadyuvante de mineralización se añade en una fracción de un 1 % en peso a un 10 % en peso, referido a la suma de materiales de partida.
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que se añade un carbonato, hidrogenocarbonato, fluoruro o cloruro alcalino o alcalinotérreo, o una mezcla de los mismos como coadyuvante de mineralización.
- 20
- 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que se añade carbonato sódico Na_2CO_3 , fluoruro sódico NaF, fluoruro potásico KF, fluoruro cálcico CaF_2 , cloruro de magnesio MgCl_2 , o una mezcla de los mismos como coadyuvante de mineralización.
- 25
- 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado por que se añade una mezcla constituida por un 0,5 a un 5 % en peso de Na_2CO_3 , y un 0,5 % en peso a un 5 % en peso de CaF_2 , en especial una mezcla constituida por un 1 % en peso a un 1,5 % en peso de Na_2CO_3 , y un 1 % en peso a un 1,5 % en peso de CaF_2 como coadyuvante de mineralización.
- 30
- 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que el coadyuvante de mineralización se recupera al menos parcialmente a partir de un producto de procedimiento.
- 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que el producto de procedimiento que contiene compuestos alcalinos se suspende en agua, mediante lo cual los compuestos alcalinos contenidos en el mismo se descomponen de tal manera que forman hidróxidos alcalinos, que se hacen reaccionar bajo adición de CO_2 para dar un carbonato y/o hidrogenocarbonato, y se separan de la suspensión, y a continuación son empleables como coadyuvante de mineralización.
- 35

Fig. 1

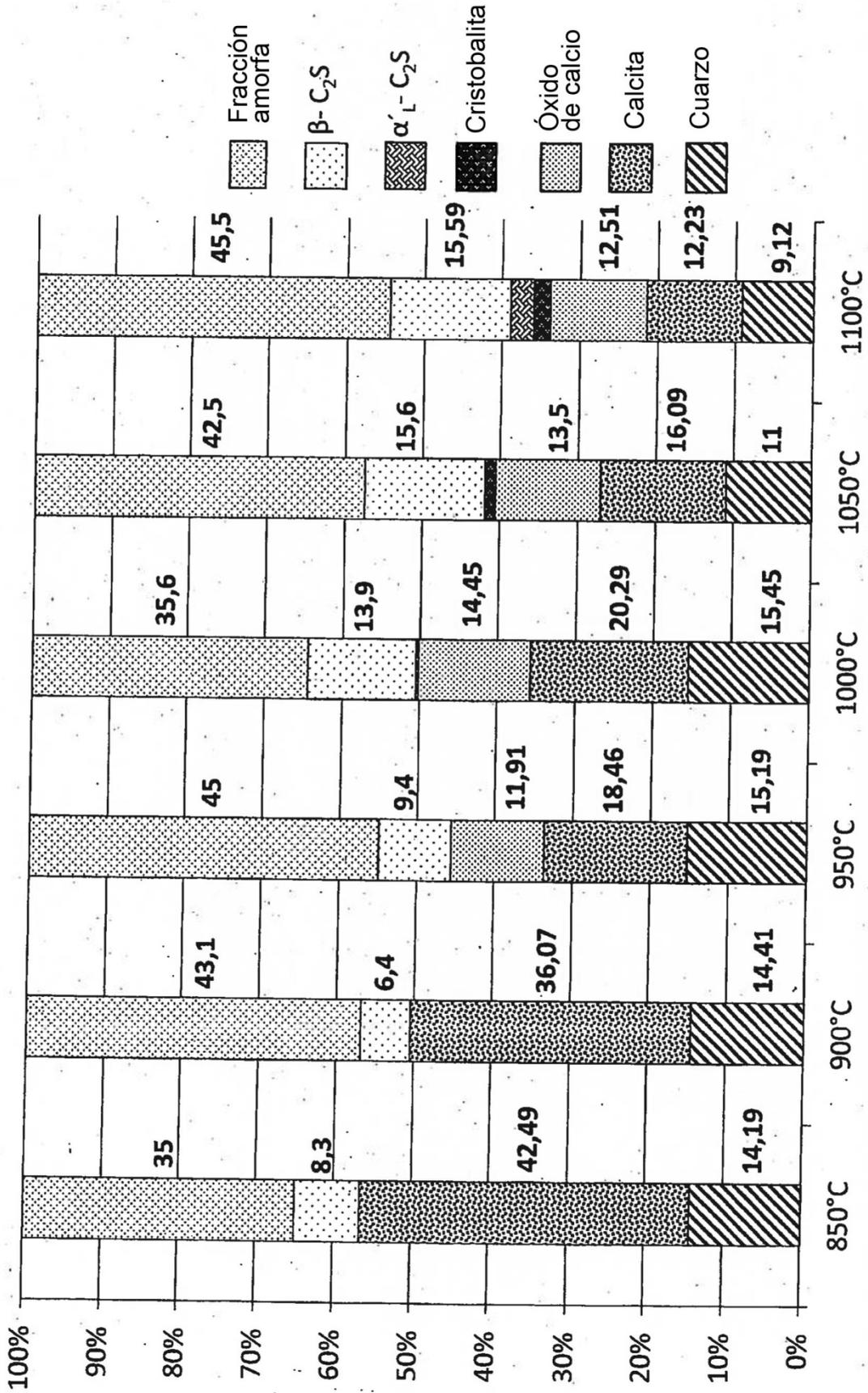
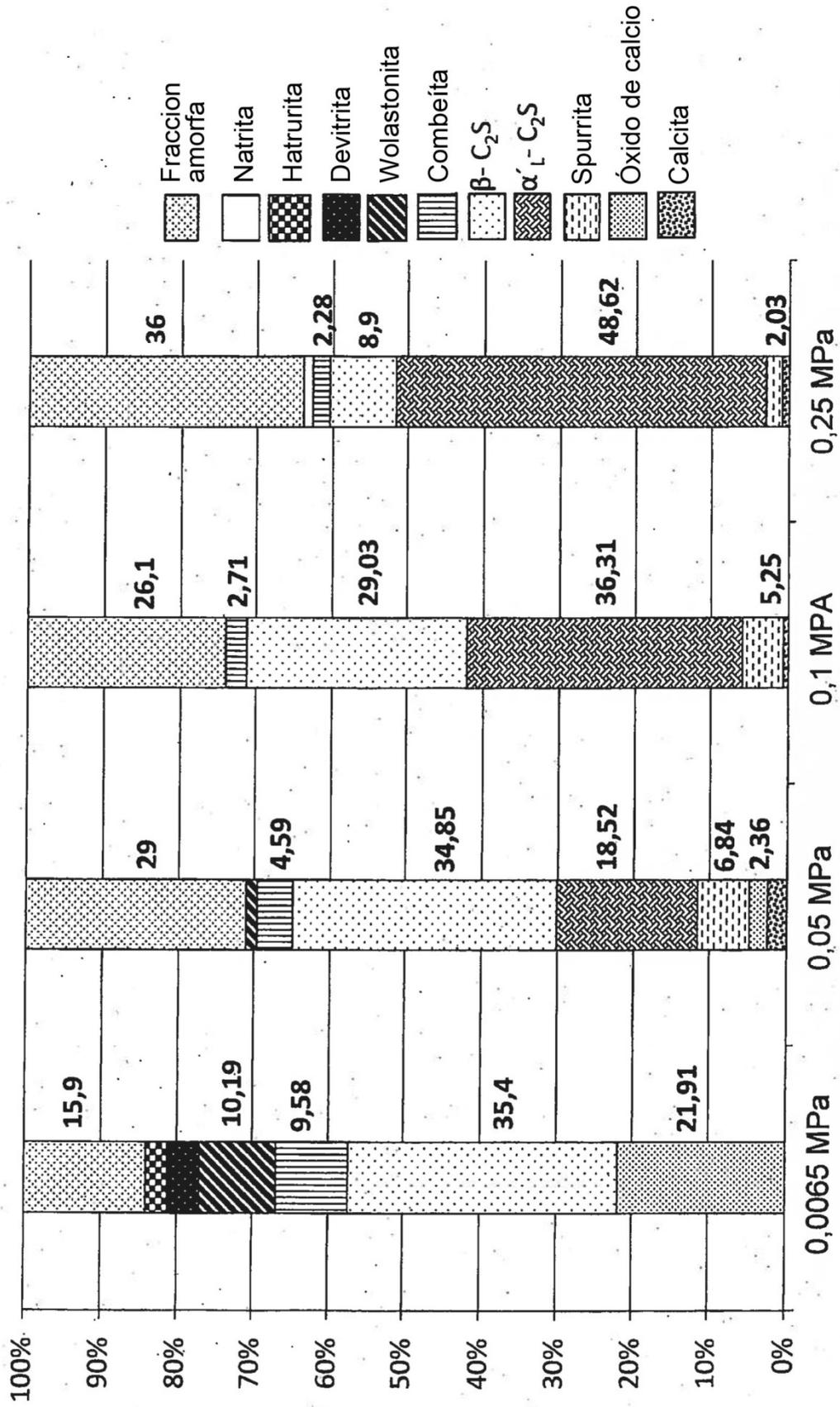
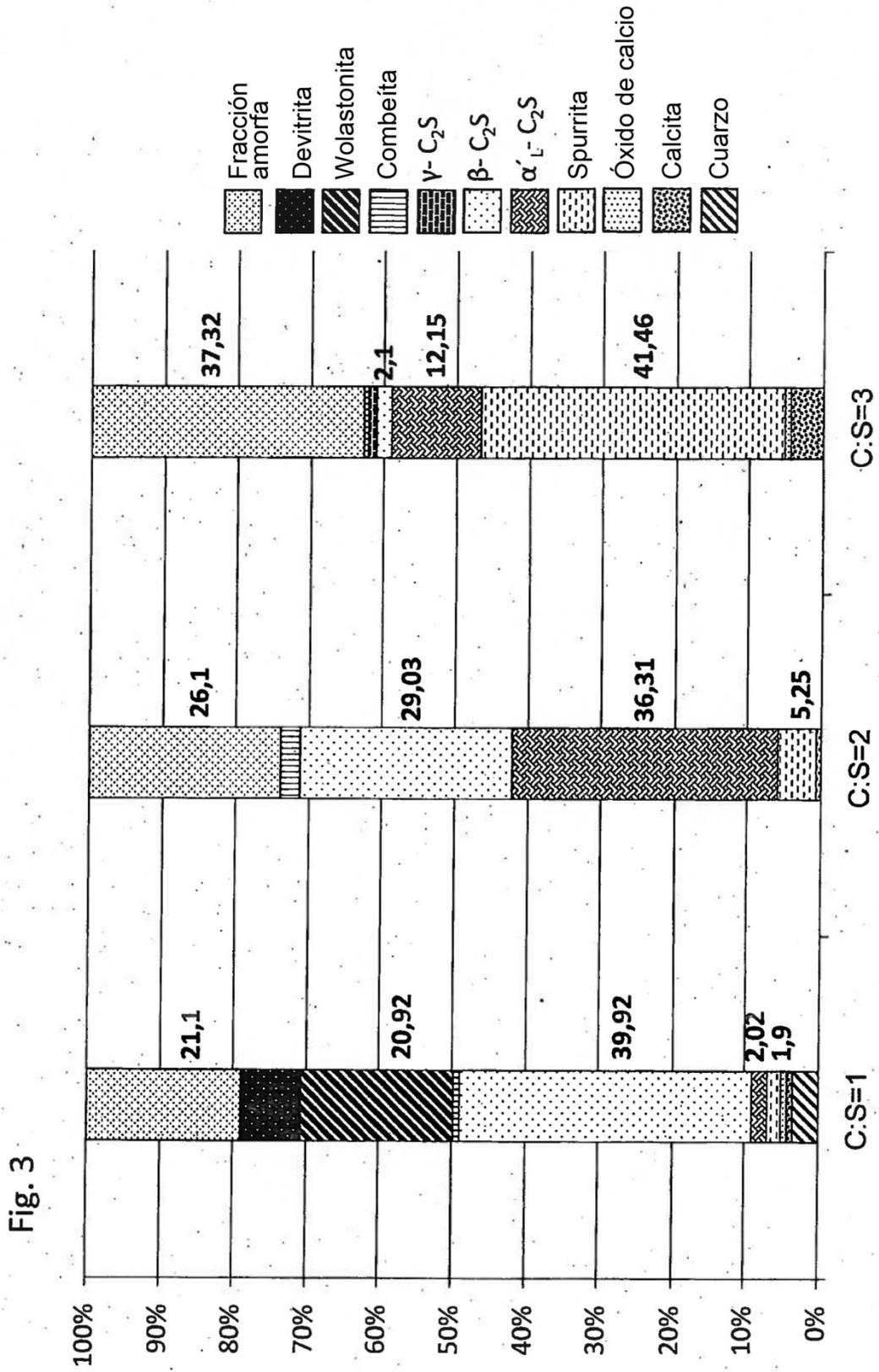
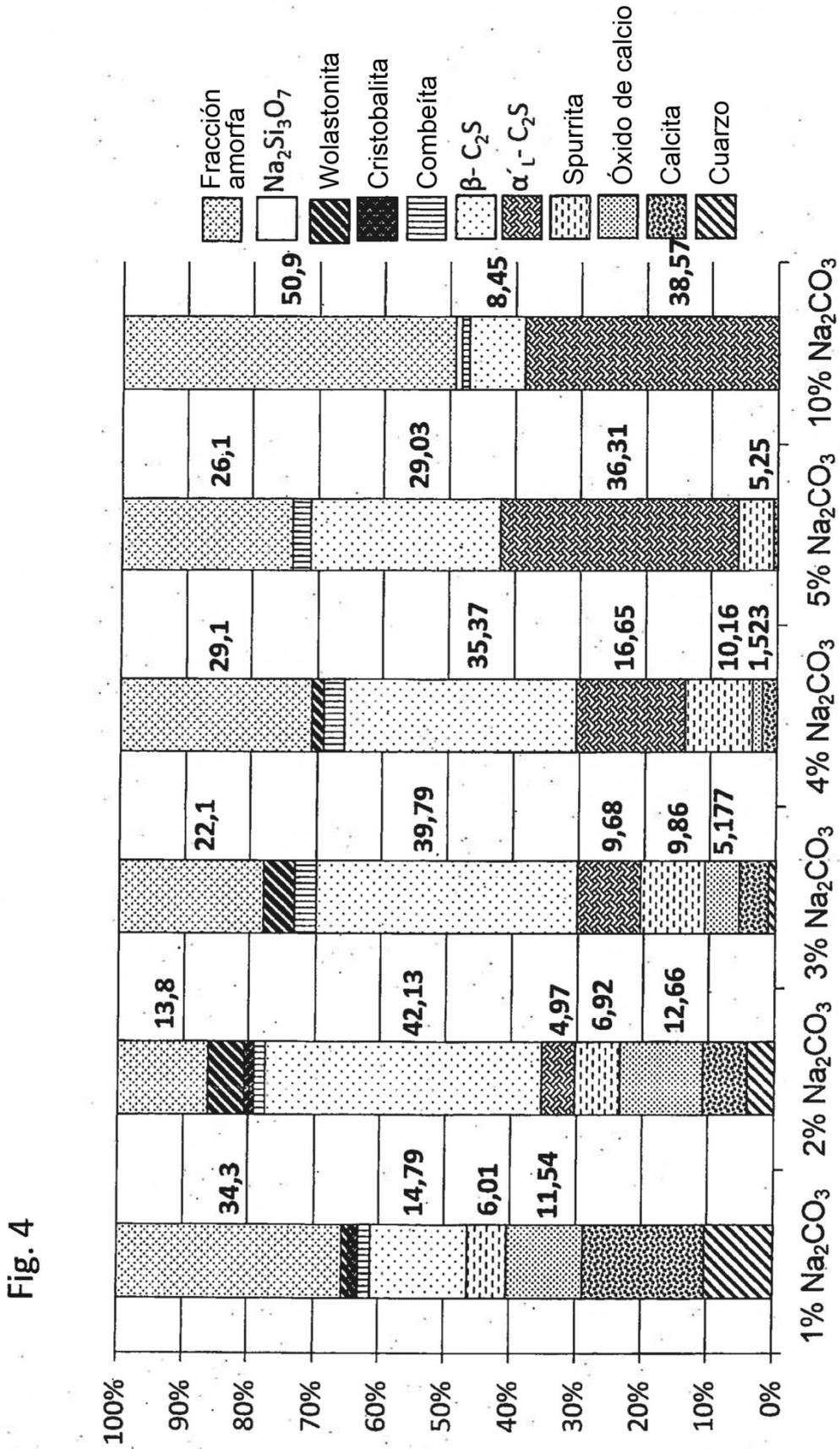


Fig.2







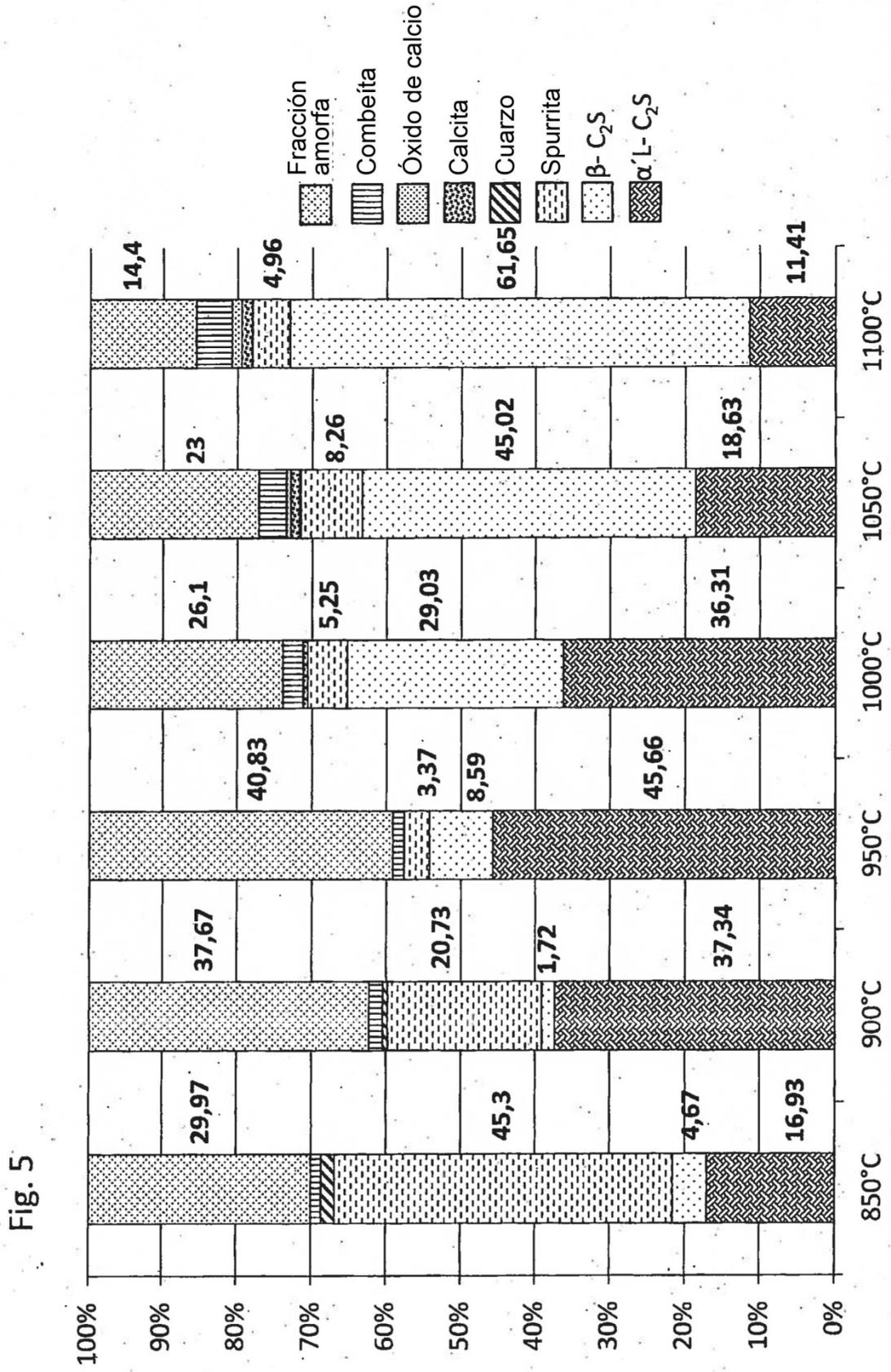


Fig. 6

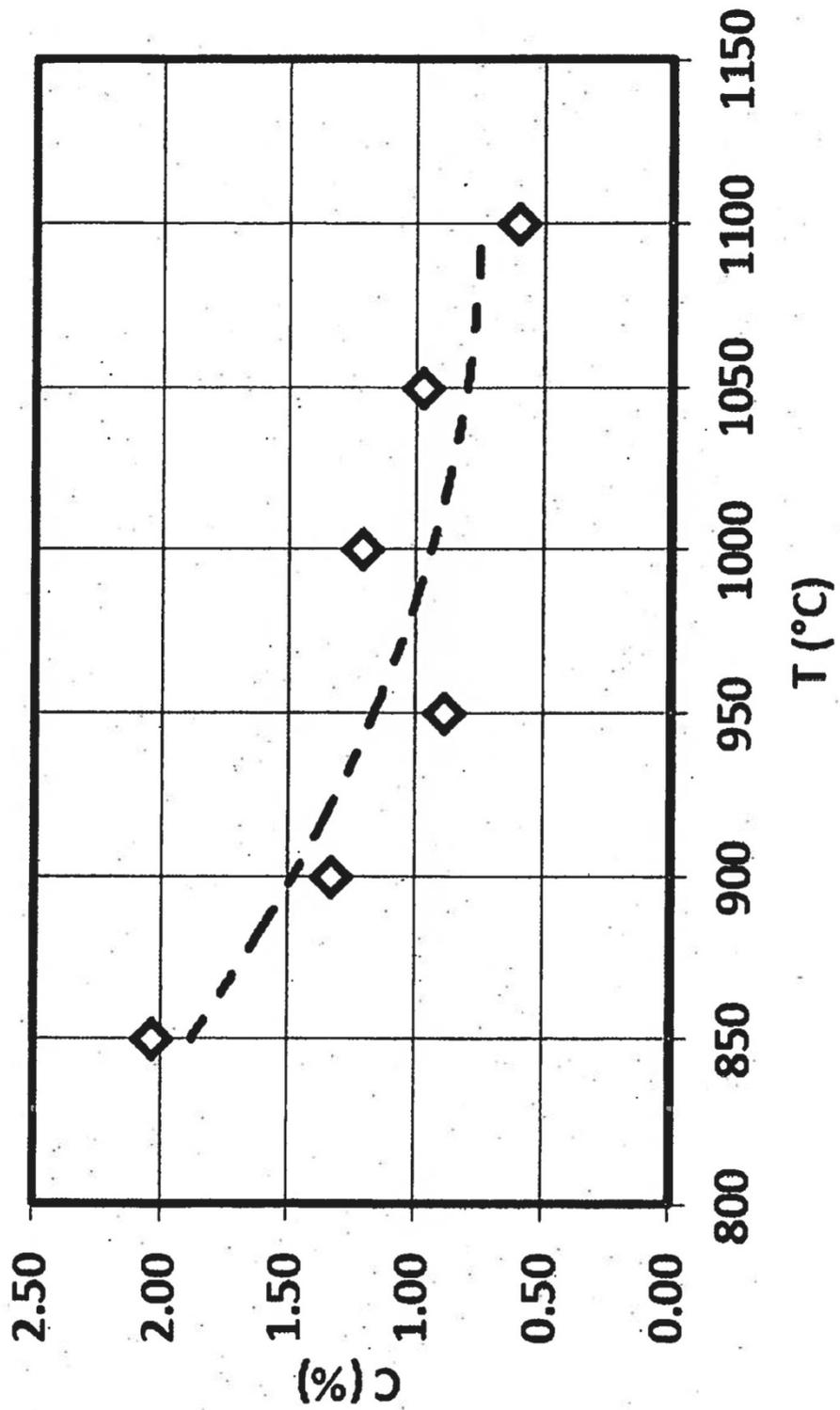


Fig. 7

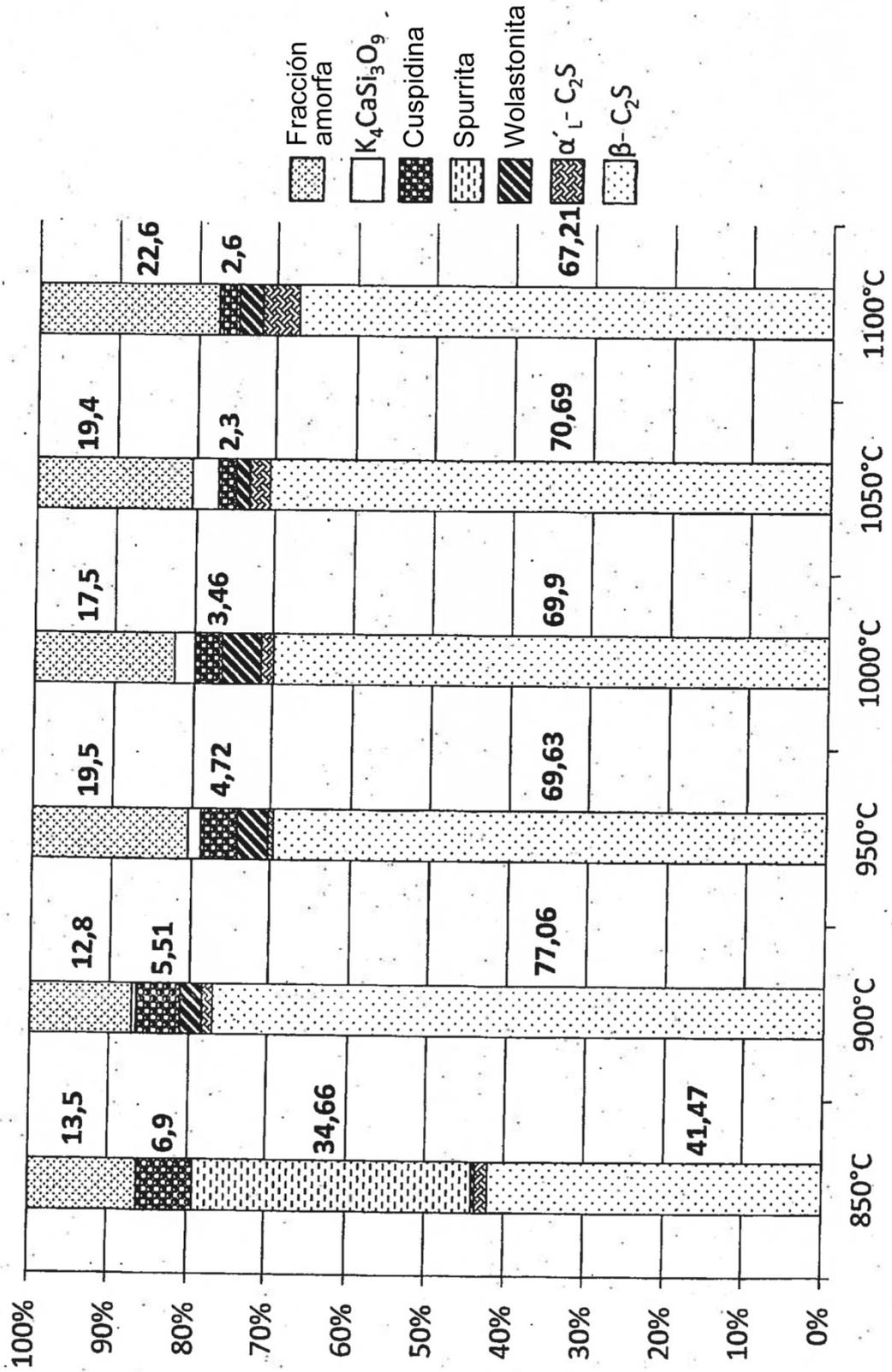


Fig. 8

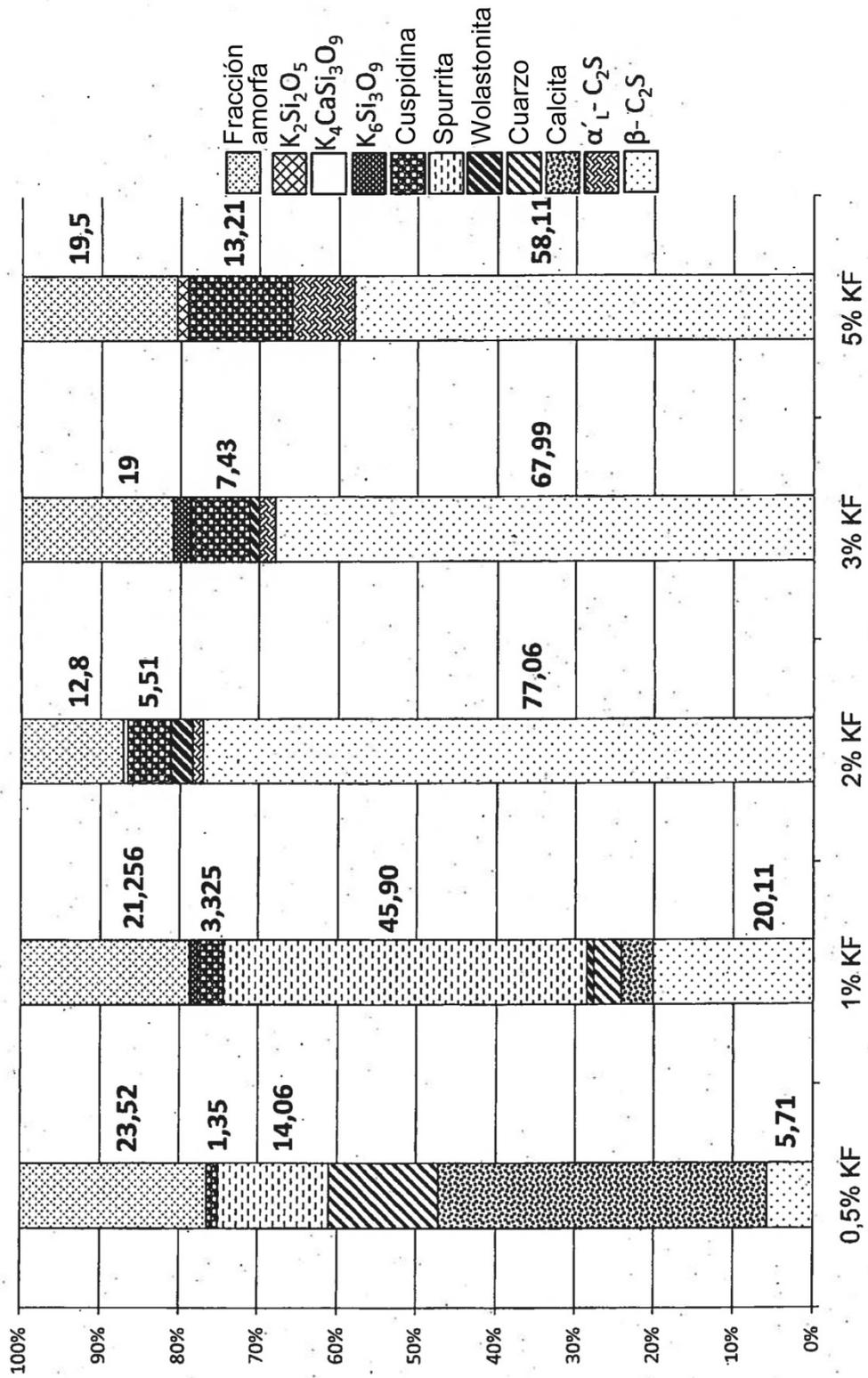


Fig. 9

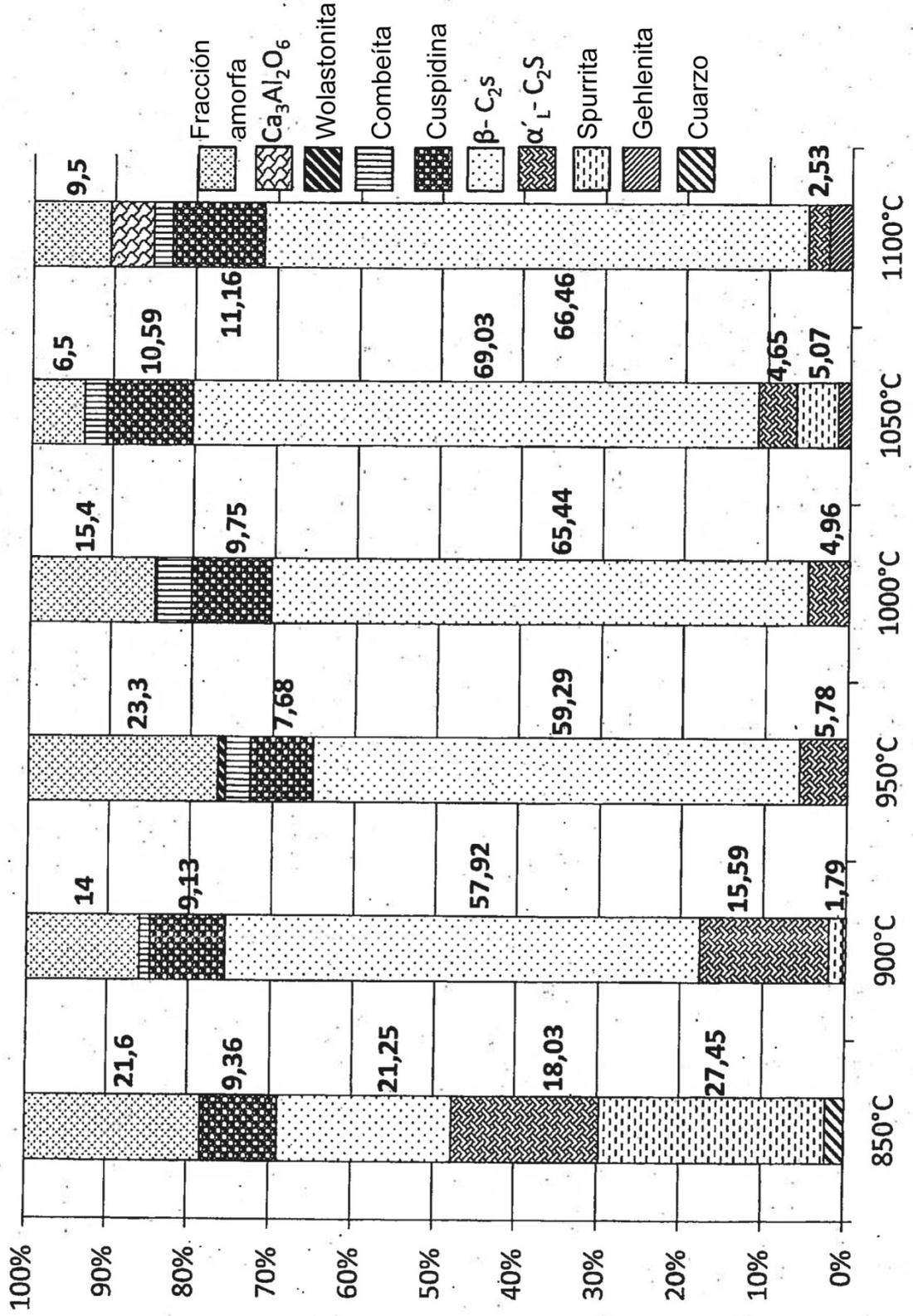
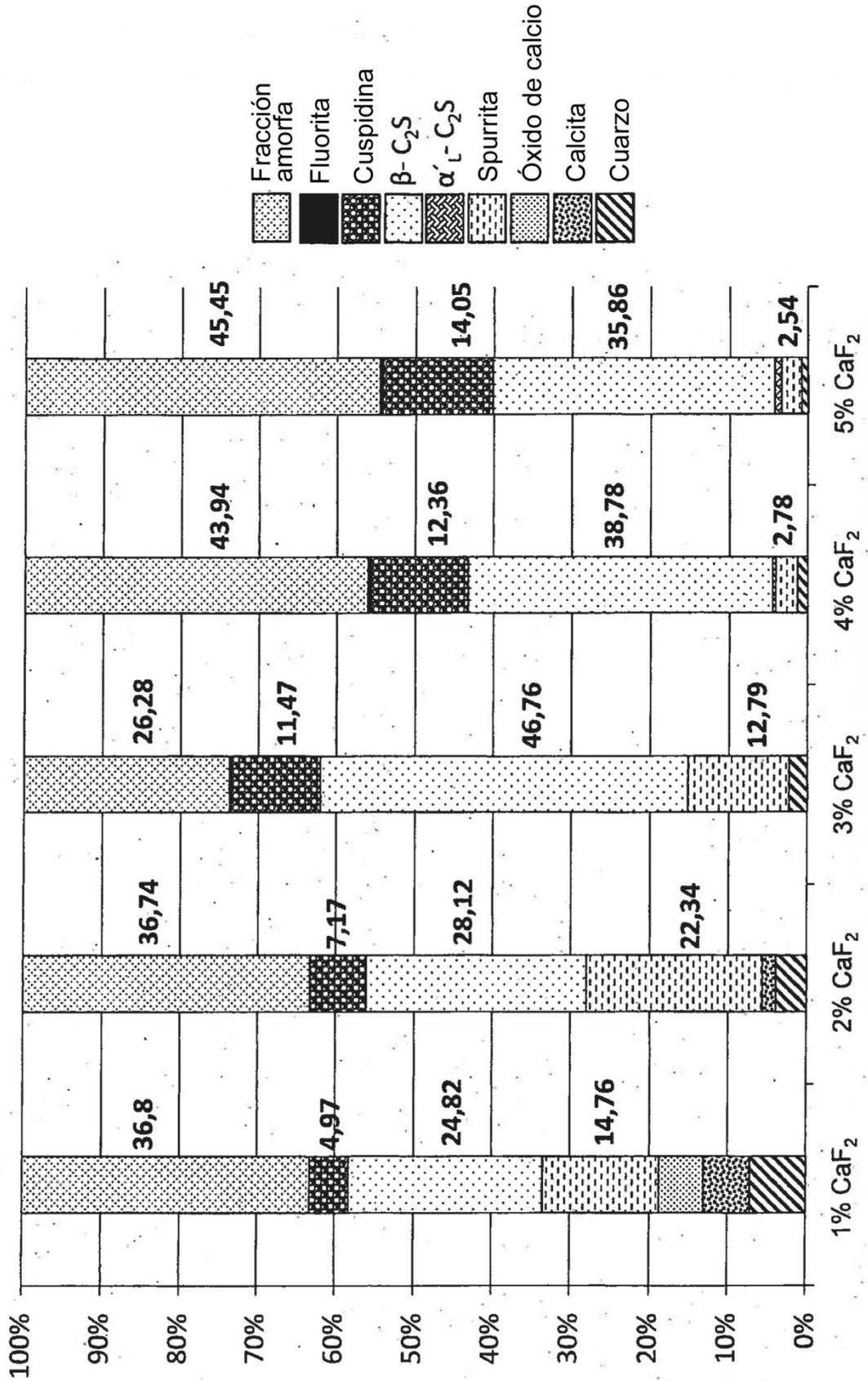


Fig. 10



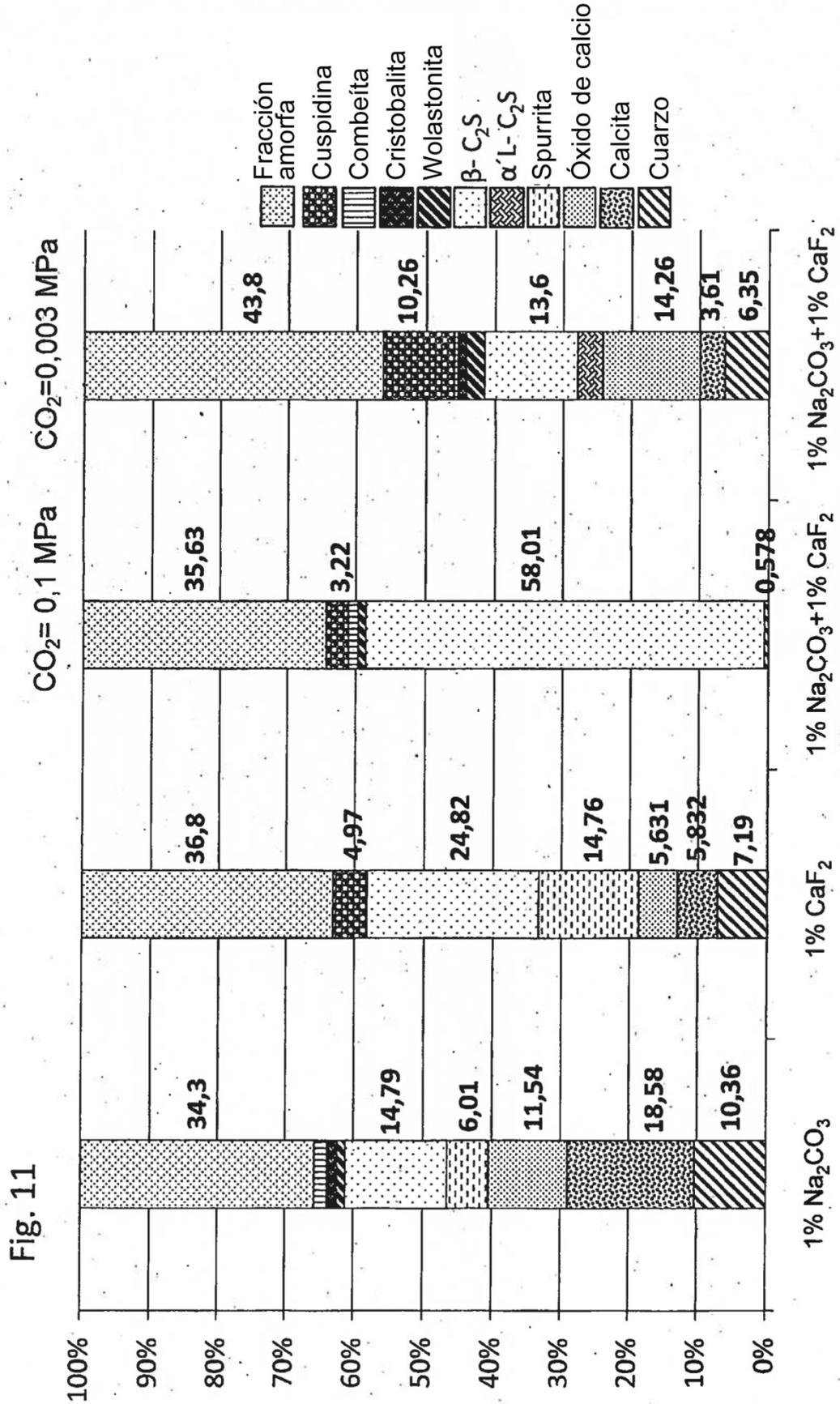


Fig. 12

