

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 649 468**

51 Int. Cl.:

**C01F 11/18** (2006.01)

**D21H 17/67** (2006.01)

**D21H 19/38** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.12.2014** **E 14197536 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.09.2017** **EP 3031778**

54 Título: **Proceso mejorado para la producción de carbonato de calcio precipitado**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**12.01.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MAURER, MARC;**  
**SKRZYPCZAK, MATHIEU;**  
**PEDROSO, LUIS y**  
**SPIEGEL, HOLGER**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

**ES 2 649 468 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

Proceso mejorado para la producción de carbonato de calcio precipitado

5 La presente solicitud se refiere a un proceso para la producción de carbonato de calcio precipitado.

10 El carbonato de calcio en general se usa ampliamente en la industria del papel como componente de carga o pigmento de revestimiento en papel. Es una carga de alto brillo y bajo coste utilizado para aumentar el brillo y la opacidad de la hoja. Su uso ha aumentado drásticamente en las últimas décadas debido a la conversión de la fabricación de papel de ácido a alcalino en las fábricas de papel. Tanto los carbonatos de calcio naturales molidos (GCC) como los carbonatos de calcio sintéticos se usan en la industria del papel. Normalmente, las fuentes de carbonato de calcio natural (por ejemplo, piedra caliza) se trituran hasta tamaños de partícula pequeños antes de su uso en papel mientras que el carbonato de calcio sintético se fabrica mediante una reacción de precipitación y, por lo tanto, se denomina carbonato de calcio precipitado (PCC).

15 Además de su uso en la industria papelera, el carbonato de calcio precipitado también se usa para otros fines, por ejemplo, como carga o pigmento en la industria de la pintura y como carga funcional para la fabricación de materiales plásticos, plastisoles, compuestos de sellado, tintas de impresión, cauchos, pasta de dientes, cosméticos, etc.

20 El carbonato de calcio precipitado existe en tres formas cristalinas primarias: calcita, aragonita y vaterita, y hay muchos polimorfos diferentes (hábitos cristalinos) para cada una de estas formas cristalinas. La calcita tiene una estructura trigonal con hábitos cristalinos típicos tales como escalenoédrico (S-PCC), romboédrico (R-PCC), prismático hexagonal, pinacoidal, coloidal (C-PCC), cúbico y prismático (P-PCC). La aragonita es una estructura ortorrómbica con hábitos cristalinos típicos de cristales prismáticos hexagonales maclados, así como diversa variedad de cristales prismáticos delgados y alargados, piramidales inclinados, en forma de cincel, árboles ramificados y forma de coral o gusano.

30 Entre estas formas, la forma escalenoédrica de la calcita es particularmente deseable para su uso como pigmento de carga en la industria del papel porque es relativamente barato de producir y tiene propiedades deseables de dispersión de la luz.

35 Por lo general, el carbonato de calcio precipitado se prepara mediante la introducción de dióxido de carbono en una suspensión acuosa de hidróxido de calcio, la denominada "lechada de cal", en una etapa de carbonatación:



40 Normalmente, el carbonato de calcio precipitado obtenido por carbonatación de lechada de cal muestra propiedades opacificantes y efectos abrillantadores superiores cuando se usa como carga o pigmento de revestimiento en aplicaciones de papel en comparación con el carbonato de calcio natural triturado.

45 En la técnica anterior, también es conocido preparar carbonato de calcio precipitado introduciendo una suspensión acuosa de hidróxido de calcio en agua carbonatada mediante la denominada carbonatación "inversa". Como alternativa, el carbonato de calcio precipitado también puede resultar el producto de poner en contacto calcio con sales de carbonato (por ejemplo, cloruro de calcio y carbonato de sodio) en un entorno acuoso. Los carbonatos de calcio precipitados se describen, por ejemplo, en los documentos EP 2 447 213, EP 2 524 898 y EP 2 371 766.

50 Como ya se ha descrito anteriormente, el método más común para la producción de carbonato de calcio precipitado implica la carbonatación de la lechada de cal que se puede obtener al poner en contacto el óxido de calcio (también denominada cal viva) con agua en un proceso denominado de apagado.



55 El hidróxido de calcio es poco soluble en agua y muestra una solubilidad que oscila de 1,2 a 1,7 g/l de agua. Por lo tanto, el producto resultante del proceso de apagado anterior se obtiene en forma de una suspensión.

60 En la práctica, dichas suspensiones de hidróxido de calcio tienen un contenido máximo de sólidos de hasta aproximadamente el 40 % en peso, basado en el peso total de dicha suspensión. Sin embargo, en el documento EP 2 371 766 se describe que puede resultar difícil preparar y manipular la lechada de cal con un contenido de sólidos superior al 30 % en peso sin la adición de sustancias reductoras de la viscosidad.

65 Otro problema importante en la preparación y la carbonatación de la lechada de cal se refiere a la presencia de arenilla, que es un material particulado que muestra poca o ninguna reactividad en los procesos de carbonatación.

La baja reactividad de la arenilla hacia el dióxido de carbono puede explicarse por su composición química.

Normalmente, la arenilla está compuesta del 50 al 90 % en peso y principalmente del 70 al 90 % en peso de carbonato de calcio y otros minerales inorgánicos. Otros componentes presentes en una fracción de arenilla pueden ser, por lo tanto, otros carbonatos insolubles o poco solubles (por ejemplo, carbonato de magnesio) y también muy a menudo arena. Además, la arenilla también puede contener pequeñas cantidades de hidróxido de calcio, por ejemplo en forma de partículas de hidróxido de calcio que están cubiertas al menos parcialmente con carbonato de calcio.

La presencia de arenilla en la lechada de cal en una etapa de carbonatación tiene varias desventajas y puede, por ejemplo, dar lugar a una caída en el brillo del carbonato de calcio precipitado que puede explicarse por la presencia de arena y otros minerales no blancos en dicha arenilla. Además, la presencia de arenilla también puede dar lugar a una distribución de tamaño de partícula no deseada del carbonato de calcio precipitado, por ejemplo a un corte superior de tamaño de partícula significativamente aumentado ( $d_{98}$ ).

Con el fin de superar estos inconvenientes, es bastante común eliminar la arenilla de la lechada de cal en una etapa de separación antes de la carbonatación, por ejemplo en un proceso de cribado aguas arriba. Todavía hoy, las fracciones de arenilla separadas de la lechada de cal se consideran material de desecho, en particular debido a su bajo brillo (R457) que en la mayoría de los casos está por debajo del 90 % o incluso por debajo del 80 %.

Por ejemplo, el documento WO2005/033403 describe una composición que comprende un carbonato de metal alcalinotérreo y un sustrato, donde la composición tiene una cantidad reducida de arenilla, tal como una cantidad de menos de o igual a aproximadamente el 0,5 % en peso con relación al peso total de la composición. La composición puede ser una composición de carga para su uso, por ejemplo, en aplicaciones de fabricación de papel. Cuando el metal alcalinotérreo es un carbonato de calcio, la arenilla se puede reducir retirando la suspensión de cal apagada antes de la precipitación del metal alcalinotérreo con el sustrato. La eliminación de la arenilla se puede realizar hidrociclonando la suspensión de cal.

El documento WO2011/154610 describe un método y aparato para la producción en línea de lechada de cal en un proceso de producción en línea de PCC dispuesto en conexión con una máquina de banda fibrosa. De acuerdo con dicho proceso, la cal se apaga en un aparato de apagado a una temperatura de al menos 80°C, preferentemente de al menos 85°C, más preferentemente de al menos 100°C, luego se limpia la lechada de cal producida mediante la separación de cantidades excesivamente grandes partículas de hidróxido de calcio inmediatamente y antes de introducir la lechada de cal en el proceso de producción de PCC.

Sin embargo, la eliminación de arenilla no deseada puede dar lugar a un aumento en los costes de material y producción ya que, por un lado, el material de arenilla eliminado está incluido en el precio de compra del óxido de calcio o lechada de cal y, por otro lado, también puede resultar en costes de eliminación significativos.

Por lo tanto, todavía existe una necesidad de mejorar los procesos para la preparación de carbonato de calcio precipitado con el fin de reducir o evitar uno o más de los inconvenientes técnicos mencionados anteriormente.

A este respecto, un objeto de la presente invención se puede ver en la provisión de un proceso para la preparación de carbonato de calcio precipitado que permite un uso más sostenible y rentable de la lechada de cal.

Los problemas anteriores y otros pueden resolverse mediante la materia objeto tal como se define en el presente documento en las reivindicaciones independientes.

Un primer aspecto de la presente invención se refiere a un proceso para la preparación de carbonato de calcio precipitado, el proceso que comprende las etapas de:

(a) proporcionar lechada de cal;  
 (b) separar, en una o más etapas, la arenilla de la lechada de cal proporcionada en la etapa (a), dicha arenilla que corresponde a una fracción sobredimensionada retenida por un tamiz que tiene un tamaño de abertura de 400 µm o más fino, para obtener:

(i) la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla, y  
 (ii) una o más fracciones de arenilla;

(c) moler una o más de las fracciones de arenilla de la etapa (b) en al menos una unidad de molienda para obtener arenilla fina; y

(d) someter a una etapa de carbonatación:

(i) la arenilla fina de la etapa (c), o  
 (ii) una mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c);

donde dicha etapa de carbonatación comprende la introducción de dióxido de carbono para obtener carbonato de

calcio precipitado.

El proceso de acuerdo con la presente invención es un proceso para la preparación de carbonato de calcio precipitado a partir de lechada de cal que comprende una etapa de carbonatación. En dicha etapa de carbonatación, denominada etapa (d), (i) la arenilla fina o (ii) una mezcla de arenilla fina y lechada de cal con un contenido reducido en arenilla se pone en contacto con dióxido de carbono para formar un precipitado de carbonato de calcio sólido. Una característica común de ambas opciones (i) y (ii) de la etapa de carbonatación (d) es la carbonatación de la arenilla fina que se obtiene al separar la arenilla de la lechada de cal proporcionada en la etapa de proceso (a) y moler dicha arenilla antes de la carbonatación.

El término "arenilla" o "fracción de arenilla" como se usa en este documento se puede definir como la fracción sobredimensionada retenida por un tamiz que tiene un tamaño de abertura especificado de 400  $\mu\text{m}$  o más fino. Dependiendo del tamaño de abertura utilizado para el cribado, la fracción de arenilla puede representar del 3 al 8 % en peso del total de sólidos presentes en la lechada de cal. Por ejemplo, la arenilla se puede encontrar en cal calcinada o lechada de cal y puede incluir, entre otras cosas, cuarzo y carbonato de calcio no quemado. Estos compuestos, cuando están presentes en la lechada de cal, pueden mostrar poca o ninguna reactividad frente al dióxido de carbono y, por lo tanto, deben eliminarse antes de la carbonatación de dicha lechada de cal.

El término "tamaño de abertura" (símbolo: "w") tal como se utiliza en la presente solicitud y se muestra en la Figura 1 se refiere al tamaño de abertura de un tamiz de alambre como se define según la norma ISO3310-1: 2000 (E).

Cuando el tamaño de partícula de una fracción de arenilla se describe por su "distribución del tamaño de partículas", el valor  $d_x$  representa el diámetro con respecto al cual x% en volumen de las partículas tienen diámetros de menos de  $d_x$ . Esto significa, por ejemplo, que el valor  $d_{98}$  (también denominado "corte superior") es el tamaño de partícula en el cual el 98 % en volumen de todas las partículas de una fracción de arenilla son más pequeñas que el valor indicado. En este caso, el valor  $d_{50}$  es el "tamaño de partícula volumétrico medio" al que el 50 % en volumen de todas las partículas son más pequeñas que el tamaño de partícula indicado. Los tamaños de partícula de arenilla definidos en la presente solicitud que son menores de 45  $\mu\text{m}$  pueden determinarse usando un sistema de difracción láser Malvern Mastersizer 2000 con un RI definido de 1,57 y un iRI de 0,005 y el Malvern Application Software 5.60. La medición se realizó con una dispersión acuosa. Las muestras se dispersaron usando un agitador de alta velocidad. En el caso de tamaños de partícula de arenilla de 45  $\mu\text{m}$  o más, se usa el cribado fraccional de acuerdo con la norma ISO3310-1: 2000 (E) para determinar las distribuciones de tamaño de partícula.

Para todas las demás partículas, especialmente las del carbonato de calcio precipitado obtenible según el proceso de la invención, el valor de  $d_x$  representa el diámetro en relación con el que x% en peso de las partículas tienen diámetros de menos de  $d_x$ . Esto significa, por ejemplo, que el valor de  $d_{98}$  (también referido como el "corte superior") es el tamaño de partícula donde el 98 % en peso de todas las partículas de una fracción son más pequeñas que el valor indicado. En este caso, el valor  $d_{50}$  es el "tamaño de partícula ponderal medio" al cual el 50 % en peso de todas las partículas son más pequeñas que el tamaño de partícula indicado. Los tamaños de partículas menores de 45  $\mu\text{m}$  se pueden determinar en base a las mediciones realizadas mediante el uso de un instrumento Sedigraph™ 5100 de Micromeritics Instrument Corporation. El método y el instrumento son conocidos por la persona experta y se usan habitualmente para determinar el tamaño de partícula de las cargas y pigmentos. Las mediciones se llevaron a cabo en una solución acuosa del 0,1 % en peso de  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ . Las muestras se dispersan usando un agitador de alta velocidad y supersónicos. En el caso de que los tamaños de partícula sean de 45  $\mu\text{m}$  o mayores, se utiliza el cribado fraccional de acuerdo con la norma ISO3310-1: 2000 para determinar las distribuciones de tamaño de partícula.

Si es necesario, el "contenido de sólidos" de una suspensión en el sentido de la presente invención se puede determinar usando un analizador de humedad HR73 de Mettler-Toledo ( $T = 120^\circ\text{C}$ , apagado automático 3, secado estándar) con un tamaño de muestra de 5 a 20 g.

Cualquier "conversión especificada de hidróxido cálcico en carbonato de calcio precipitado" dado como % y relacionada con un cierto tiempo de adición de arenilla en una etapa de carbonatación se basa en una velocidad de reacción constante supuesta hasta que se complete la precipitación del carbonato de calcio. Basándose en esta velocidad de reacción constante, los porcentajes de conversión definidos en la presente memoria se calculan en una escala de tiempo lineal a partir del tiempo de reacción total (100 % de conversión) de un experimento de comparación. El tiempo de reacción total en dicho experimento de comparación es el tiempo en el que, bajo condiciones idénticas pero sin la adición de arenilla, se puede observar un mínimo de conductividad con una pendiente del punto de inflexión de la curva de conductividad de más de 45°. Por ejemplo, si se va a añadir la arenilla fina a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en un momento correspondiente al 50 % de conversión de hidróxido de calcio, esto significa que dicha arenilla fina se añade al 50 % del tiempo de reacción total determinado en un experimento de comparación sin adición de arenilla fina (por ejemplo, a 15 minutos del comienzo de la carbonatación si el tiempo de reacción total observado en el experimento de comparación es de 30 min). La conductividad de la suspensión se mide directamente en el recipiente de reacción durante la reacción utilizando un Mettler Toledo Seven Multi equipado con la unidad de expansión de la conductividad Mettler Toledo correspondiente y una sonda de conductividad Mettler Toledo InLab® 730. El instrumento se calibró por primera vez en el intervalo de conductividad relevante utilizando soluciones de calibración de conductividad disponibles en el mercado en

Mettler Toledo. La influencia de la temperatura sobre la conductividad se corrige automáticamente mediante el modo de corrección lineal.

5 Los valores de "brillo (R457)" (en %) que se dan en esta solicitud se pueden medir de acuerdo con la norma ISO2469: 2007 (R457 usando un espectrofotómetro Elrepho). Para este fin, todas las muestras se secan durante la noche a 105°C antes de la medición para obtener un contenido de humedad total de menos del 0,5 % en peso, basado en el peso total de la muestra.

10 A lo largo del presente documento, la "superficie específica" (expresada en m<sup>2</sup>/g) de una carga mineral se determina utilizando el método BET (utilizando nitrógeno como gas adsorbente), que es bien conocido por el experto (norma ISO9277: 1995). El área específica total (en m<sup>2</sup>) de la carga mineral se puede obtener multiplicando el área superficial específica (en m<sup>2</sup>/g) y la masa (en g) de la carga mineral.

15 Cuando se usa un artículo definido o indefinido cuando se refiere a un sustantivo singular, por ejemplo, "un", "una" o "el/la", esto incluye un plural de ese sustantivo a menos que se especifique.

20 Cuando en la presente descripción y las reivindicaciones se usa el término "que comprende", no excluye otros elementos. Para los fines de la presente invención, el término "que consiste en" se considera una realización preferida del término "que comprende". Si en lo sucesivo se define que un grupo comprende al menos un cierto número de realizaciones, también debe entenderse que describe un grupo, que preferentemente consiste únicamente en estas realizaciones.

25 Términos como "obtenible" o "definible" y "obtenido" o "definido" se usan indistintamente. Esto, por ejemplo, significa que, a menos que el contexto indique claramente lo contrario, el término "obtenido" no significa que, por ejemplo, una realización debe obtenerse mediante, por ejemplo, la secuencia de pasos que siguen al término "obtenido", aunque tal la comprensión limitada siempre está incluida por los términos "obtenido" o "definido" como una realización preferida.

30 Siempre que se usen los términos "que incluye" o "que tiene", se pretende que estos términos sean equivalentes a "que comprende" tal como se ha definido anteriormente.

35 Las formas de realización ventajosas del proceso de acuerdo con la presente invención y las realizaciones del carbonato de calcio precipitado obtenible mediante el proceso de acuerdo con la presente invención se definen en las reivindicaciones subordinadas correspondientes.

En una realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) tiene un contenido de sólidos del 1,0 al 40,0 % en peso, preferentemente del 5,0 al 35,0 % en peso, y más preferentemente del 10,0 al 32,0 % en peso, basado en el peso total de dicha lechada de cal.

40 Según otra realización, la etapa (b) comprende una etapa de cribado mediante el uso de uno o más tamices que tienen un tamaño de abertura de 400 µm o más fino, preferentemente de 400 a 150 µm, más preferentemente de 350 a 180 µm, y lo más preferentemente de 250 a 200 µm.

45 Según todavía otra realización, la al menos una unidad de molienda de la etapa (c) comprende un molino de arena, un molino de rodillos, un molino de bolas o un molino de martillos, preferentemente la al menos una unidad de molienda de la etapa (c) comprende un molino de arena.

50 De acuerdo con otra realización más, el contenido de sólidos de las fracciones de arenilla durante la molienda está en el intervalo del 20,0 al 80,0 % en peso, preferentemente del 25,0 al 50,0 % en peso, y más preferentemente del 30,0 al 45,0 % en peso, basado en el peso total de las fracciones de arenilla.

55 En otra realización, la etapa (c) comprende además una etapa de cribado de una o más de las fracciones de arenilla, posteriormente a la molienda de dichas fracciones, mediante el uso de uno o más tamices y eliminación de una o más fracciones sobredimensionadas retenidas por dicho uno o más tamices.

En otra realización, dicho uno o más tamices tienen un tamaño de abertura de 300 µm o más fino, preferentemente de 300 a 45 µm, más preferentemente de 250 a 50 µm, y lo más preferentemente de 200 a 80 µm.

60 De acuerdo con todavía otra realización, la arenilla fina de la etapa (c) tiene una d<sub>50</sub> que oscila de 0,1 a 10,0 µm, preferentemente de 0,2 a 5,0 µm, y más preferentemente de 0,3 a 3,0 µm.

De acuerdo con otra realización más, la arenilla fina de la etapa (c) tiene una d<sub>98</sub> que oscila de 2,0 a 20,0 µm, preferentemente del 5,0 al 15,0 µm, y más preferentemente de 6,0 a 12,0 µm.

65 En otra realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la temperatura de partida en la etapa (d) oscila de 5 a 80°C y preferentemente de 10 a 75°C.

Según aún otra realización, dicho proceso comprende además una etapa de añadir al menos un aditivo seleccionado entre monosacáridos, disacáridos, ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas, ácido cítrico o citrato de sodio a la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) y/o la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y/o una o más de las fracciones de arenilla de la etapa (b) y/o la arenilla fina de la etapa (c) en un total del 0,005 al 1,0 % en peso, preferentemente del 0,01 al 0,5 % en peso, y más preferentemente del 0,02 al 0,2 % en peso, basado en los pesos secos totales.

En una realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la etapa (d) consiste en someter a una etapa de carbonatación la arenilla fina de la etapa (c).

En otra realización, la etapa (d) consiste en someter a una etapa de carbonatación la mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c), donde se añade la arenilla fina a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en una o más porciones.

De acuerdo con una realización preferida, la cantidad total de arenilla fina añadida a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla oscila del 0,1 al 15,0 % en peso, preferentemente del 0,2 al 10,0 % en peso, y más preferentemente del 0,5 al 5,0 % en peso, basado en los pesos secos totales.

De acuerdo con otra realización preferida, la arenilla fina se añade a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en un momento que corresponde del 0 al 100 %, preferentemente del 35 al 95 %, más preferentemente del 50 al 90 % y lo más preferentemente del 60 al 80 % de conversión de hidróxido de calcio en carbonato de calcio precipitado.

En la técnica, es bastante común eliminar (por ejemplo, mediante cribado u otros métodos de separación) la arenilla contenida en la lechada de cal antes de la carbonatación para mejorar la distribución del tamaño de partícula del carbonato de calcio precipitado y mejorar las propiedades ópticas tales como, para ejemplo, el brillo.

En general, la propia arenilla es un material particulado y se caracteriza por una distribución de tamaño de partícula relativamente gruesa y bajo brillo (R457) que puede ser tan bajo como, por ejemplo, del 90 % o incluso del 80 %. Por lo tanto, la arenilla representa un material de bajo valor que, sin embargo, debe pagarse con el precio de compra del óxido de calcio o la lechada de cal y, por lo tanto, puede dar lugar a un aumento significativo de los costes totales de producción.

Aunque todavía es necesario separar arenilla de la lechada de cal antes de la carbonatación, los inventores encontraron sorprendentemente que también es posible usar arenilla separada en un proceso de carbonatación en forma de arenilla fina obtenible después de moler la arenilla separada. Se descubrió además que dicha arenilla fina se puede carbonatar sola o en una mezcla que comprende arenilla fina y lechada de cal con un contenido reducido en arenilla.

Después de la carbonatación de arenilla fina pura, sorprendentemente se encontró que el brillo (R457) aumentaba significativamente en comparación con la arenilla fina (es decir, arenilla molida separada) antes de la carbonatación. En muchos casos, el brillo (R457) se puede aumentar del 1 al 5 %. Normalmente, el brillo (R457) de la arenilla fina pura se puede aumentar en un 2 a un 4 % después de la carbonatación, por ejemplo en un 3,3 %. Sin estar ligado a ninguna teoría, se cree que el aumento del brillo en la carbonatación puede ser el resultado de la carbonatación del hidróxido cálcico sin reaccionar liberado durante la molienda de la arenilla separada.

En vista de la observación anterior, también es posible carbonatar una mezcla que comprende arenilla fina y lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en una carbonatación combinada. Para muchas aplicaciones, un alto brillo del carbonato de calcio precipitado es de particular importancia, por ejemplo, en el campo de las cargas o revestimientos de papel. Se observó sorprendentemente que el brillo del carbonato de calcio precipitado se reduce solo ligeramente cuando se añade arenilla fina en la etapa de carbonatación (d) y, por lo tanto, se pueden alcanzar valores de alto brillo (R457) de al menos el 90,0 % después de la carbonatación combinada mientras es posible añadir cantidades considerables de arenilla fina en lugar de someterlas a su eliminación.

Asimismo, se encontró que la adición de arenilla fina durante la carbonatación combinada de arenilla fina y lechada de cal con un contenido reducido en arenilla puede dar como resultado una distribución de tamaño de partícula más fina (observada como  $d_{50}$  y  $d_{98}$ ) que también puede tener varias ventajas en casos donde el carbonato de calcio precipitado se usa, por ejemplo, en aplicaciones de polímeros o papel.

En resumen, el proceso de acuerdo con la presente invención representa un proceso sostenible y rentable para la preparación de carbonato de calcio precipitado que permite el reciclado de la arenilla en una etapa de carbonatación.

En lo que sigue, se discutirán con más detalle las realizaciones preferidas del proceso de acuerdo con la presente invención. Debe entenderse que estos detalles y realizaciones también se aplican al carbonato de calcio precipitado que puede obtenerse mediante el proceso de la invención, así como al uso de dicho producto en cualquiera de las aplicaciones especificadas.

Etapa (a) - Proporcionar la lechada de cal

5 En la etapa (a) del proceso de acuerdo con la presente invención, se proporciona una lechada de cal. Dicha lechada de cal puede estar disponible en el mercado o, como alternativa, puede obtenerse poniendo en contacto una fuente de óxido de calcio (por ejemplo, cal viva) con agua.

10 La reacción del óxido de calcio con el agua da como resultado la formación de una suspensión de hidróxido cálcico lechoso, mejor conocida como lechada de cal. Dicha reacción es altamente exotérmica y, en la técnica, también se denomina "apagado de cal" o simplemente "apagado".

El progreso de la reacción de apagado se puede observar midiendo la conductividad de la mezcla de reacción que, inicialmente, disminuye rápidamente y alcanza un nivel esencialmente constante tan pronto como se completa la reacción. Asimismo, puede controlarse mediante el control de la temperatura y la turbidez.

15 Por lo general, la relación en peso de óxido de calcio a agua es inferior a 1:6, generalmente de 1:9 o de 1:10. Sin embargo, también es posible usar y manipular la lechada de cal preparada a partir de agua y óxido de calcio en una relación en peso de 1:2,5 a 1:6 si se usan aditivos reductores de la viscosidad durante la preparación de suspensiones que tienen contenidos de sólidos relativamente altos.

20 La lechada de cal utilizada en el proceso de acuerdo con la presente invención se puede caracterizar por su contenido de sólidos. En una realización, la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) tiene un contenido de sólidos del 1,0 al 40,0 % en peso, preferentemente del 5,0 al 35,0 % en peso, y más preferentemente del 10,0 al 32,0 % en peso, basado en el peso total de dicha lechada de cal.

25 Como ya se ha descrito anteriormente, en muchos casos, y en particular en los casos en que el contenido de sólidos es superior al 15 % en peso, puede ser ventajoso reducir la viscosidad de la lechada de cal mediante la adición de un aditivo adecuado.

30 En una realización de la presente invención, el proceso comprende además una etapa de añadir al menos un aditivo seleccionado entre monosacáridos, disacáridos, ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas, ácido cítrico o citrato de sodio a la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) en una cantidad total del 0,005 al 1,0 % en peso, preferentemente del 0,01 al 0,5 % en peso, y más preferentemente del 0,02 al 0,2 % en peso, basado en los pesos secos totales.

35 Por lo tanto, en otra realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) comprende al menos un aditivo seleccionado entre monosacáridos, disacáridos, ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas, ácido cítrico o citrato de sodio en una cantidad total del 0,005 al 1,0 % en peso, preferentemente del 0,01 al 0,5 % en peso, y más preferentemente del 0,02 al 0,2 % en peso, basado en los pesos secos totales.

40 En el sentido de la presente solicitud, se entiende que los ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas están neutralizados o parcialmente neutralizados con litio, potasio, sodio, magnesio, calcio, estroncio o mezclas de los mismos.

45 En una realización preferida, dicho al menos un aditivo se selecciona entre sacarosa, ácido cítrico o citrato de sodio y más preferentemente es sacarosa.

De acuerdo con otra realización de la presente invención, la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) del proceso tiene una viscosidad Brookfield específica a 20°C de 1 a 1000 mPa·s, preferentemente de 5 a 800 mPa·s, y más preferentemente de 10 a 500 mPa·s.

50 Para el fin de la presente invención, el término "viscosidad" o "viscosidad Brookfield" se refiere a una viscosidad medida mediante un viscosímetro Brookfield (Tipo RVT) a 25°C ± 1°C a 100 rpm utilizando un husillo apropiado de Brookfield RV-spindle set y se especifica en mPa·s. En base a sus conocimientos técnicos, el experto seleccionará un husillo del Brookfield RV-spindle set que sea adecuado para medir el intervalo de viscosidad. Por ejemplo, para un intervalo de viscosidad entre 200 y 800 mPa·s se puede usar el husillo del número 3, para un intervalo de viscosidad entre 400 y 1600 mPa·s se puede usar el husillo del número 4, y para un intervalo de viscosidad entre 800 y 3200 mPa·s se puede usar el husillo del número 5.

Etapa (b) - Separación de la arenilla

60 De acuerdo con la etapa (b) del proceso de la invención, la arenilla se separa en una o más etapas de la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) para obtener una lechada de cal con un contenido reducido en arenilla y una o más fracciones de arenilla.

65 Como ya se ha definido anteriormente, el término "arenilla" o "fracción de arenilla" se define como la fracción sobredimensionada retenida por un tamiz que tiene un tamaño de abertura especificado de 400 µm o más fino. Para mejorar las propiedades ópticas y obtener una distribución de tamaño de partícula más fina, se ha convertido en

práctica común separar una o más fracciones de arenilla antes de carbonatar la lechada de cal. Normalmente, la fracción de arenilla o una fracción de arenilla se puede definir como la fracción de gran tamaño retenida por un tamiz que tiene un tamaño de abertura especificado de 400  $\mu\text{m}$  o más fino. Dependiendo del tamaño de abertura utilizado para el cribado, la fracción de arenilla puede representar del 3 al 8 % en peso del total de sólidos presentes en la lechada de cal. En este sentido, "lechada de cal con un contenido reducido en arenilla" en el sentido de la presente invención es una lechada de cal que se ha sometido a una o más etapas de separación de arenilla.

En general, una o más fracciones de arenilla pueden separarse de la lechada de cal por cualquier método de separación conocido en la técnica. Para este fin, se pueden usar dispositivos de cribado así como dispositivos basados en la gravedad, tales como centrifugadoras, ciclones, dispositivos de sedimentación y cualquier combinación (por ejemplo, series o cascadas) de los dispositivos y métodos mencionados anteriormente.

En algunas realizaciones de la presente invención, la etapa (b) comprende una etapa de cribado, donde dicha etapa de cribado puede llevarse a cabo mediante el uso de uno o más tamices.

En general, la arenilla puede caracterizarse por su baja reactividad hacia el dióxido de carbono y consiste principalmente en partículas relativamente grandes. Por lo tanto, la una o más fracciones de arenilla se elimina utilizando uno o más tamices con tamaños de abertura de hasta 400  $\mu\text{m}$ .

En el proceso de la invención, la etapa (b) comprende una etapa de cribado mediante el uso de uno o más tamices que tienen un tamaño de abertura de 400  $\mu\text{m}$  o más fino, preferentemente de 400 a 150  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 350 a 180  $\mu\text{m}$ , y lo más preferentemente de 250 a 200  $\mu\text{m}$ .

De acuerdo con otra realización más, la etapa (b) comprende una etapa de cribado mediante el uso de un primer tamiz y un segundo tamiz, en donde dicho primer tamiz tiene un tamaño de abertura de 400 a 200  $\mu\text{m}$  y dicho segundo tamiz tiene un tamaño de abertura desde 150  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ , para obtener:

- (i) la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla, y
- (ii) una primera y una segunda fracción de arenilla.

La una o más fracciones de arenilla obtenidas en la etapa de separación (b) resultan de una separación de arenilla de la lechada de cal que es una suspensión acuosa. El experto en la materia apreciará así que dicha una o más fracciones de arenilla pueden comprender cantidades considerables de agua y también pueden considerarse como suspensiones acuosas.

Por lo tanto, en algunas realizaciones, la una o más fracciones de arenilla pueden tener un contenido de sólidos en el intervalo del 20,0 al 80,0 % en peso, preferentemente del 25,0 al 50,0 % en peso, y más preferentemente del 30,0 al 45,0 % en peso, basado en el peso total de las fracciones de arenilla.

En otra realización, el proceso de acuerdo con la presente invención puede comprender una etapa de adición de al menos un aditivo seleccionado entre monosacáridos, disacáridos, ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas, ácido cítrico o citrato de sodio a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y/o una o más de las fracciones de arenilla de la etapa (b) en una cantidad total del 0,005 al 1,0 % en peso, preferentemente del 0,01 al 0,5 % en peso, y más preferentemente del 0,02 al 0,2 % en peso, basado en el peso seco total.

Preferentemente, dicho al menos un aditivo se selecciona entre sacarosa, ácido cítrico o citrato de sodio y más preferentemente es sacarosa.

#### Etapas (c) - Molienda de la arenilla

De acuerdo con la etapa (c) del proceso de la presente invención, una o más de las fracciones de arenilla obtenidas en la etapa (b) se someten a una etapa de molienda para obtener la denominada arenilla fina.

Dicha etapa de molienda sirve para reducir el tamaño de partícula de la fracción de arenilla. Para este fin, se puede usar cualquier molino adecuado conocido por la persona experta, por ejemplo, un molino de arena, un molino de rodillos, un molino de bolas o un molino de martillos.

En general, una fracción de arenilla o, como alternativa, más fracciones de arenilla pueden someterse a la etapa de molienda (c) dependiendo de si se usan una o más etapas de separación en la etapa de proceso (b). En los casos en que se obtienen más de una (por ejemplo, dos o tres) fracciones de arenilla en la etapa (b), generalmente es posible someter solo una parte o la totalidad de dichas fracciones a la etapa de molienda (c). Por ejemplo, la etapa (b) puede comprender una etapa de cribado mediante el uso de un primer tamiz y un segundo tamiz para obtener (i) una lechada de cal con un contenido reducido en arenilla y (ii) una primera y una segunda fracción de arenilla. En el último caso, es posible moler la primera, la segunda o ambas fracciones de arenilla.

En una realización preferida de la presente invención, el proceso para la preparación de carbonato de calcio precipitado comprende las etapas de:

(a) proporcionar lechada de cal;  
 (b) separar, mediante el uso de un primer tamiz que tiene un tamaño de abertura de 400 a 200  $\mu\text{m}$  y un segundo tamiz que tiene un tamaño de abertura de 150  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ , la arenilla de la lechada de cal proporcionada en la etapa (a), dicha arenilla que corresponde a una fracción de gran tamaño retenida por un tamiz que tiene un tamaño de abertura de 400  $\mu\text{m}$  o más fino, para obtener:

- (i) la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla, y
- (ii) una primera y una segunda fracción de arenilla;

(c) moler las primeras fracciones de arenilla de la etapa (b) en al menos una unidad de molienda para obtener arenilla fina; y  
 (d) someter a una etapa de carbonatación:

- (i) la arenilla fina de la etapa (c), o
- (ii) una mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c);

donde dicha etapa de carbonatación comprende la introducción de dióxido de carbono para obtener carbonato de calcio precipitado.

Como se describe en este documento anteriormente, la una o más fracciones de arenilla obtenidas en la etapa de separación (b) pueden contener cantidades considerables de agua y, por lo tanto, la etapa de molienda (c) se puede considerar como una etapa de molienda en húmedo o de granallado en húmedo. A este respecto y con respecto a la distribución del tamaño de partícula de la una o más fracciones de arenilla, la al menos una unidad de molienda de la etapa (c) comprende preferentemente un molino de arena.

Dependiendo del contenido de sólidos de la una o más fracciones de arenilla obtenidas en la etapa de separación (b), el contenido de sólidos de dichas fracciones durante la molienda puede estar en el intervalo del 20,0 al 80,0 % en peso, preferentemente del 25,0 al 50,0 % en peso, y más preferentemente del 30,0 al 45,0 % en peso, basado en el peso total de dichas fracciones de arenilla.

En general, también es posible ajustar el contenido de sólidos de la una o más fracciones de arenilla antes de la etapa de molienda (c) a las necesidades específicas del proceso, por ejemplo, a cualquiera de los valores especificados anteriormente o cualquier otro valor adecuado, por ejemplo, por adición o eliminación parcial de agua.

Para mejorar la distribución del tamaño de partícula de la arenilla fina obtenida en la etapa (c) del proceso, dicha etapa puede comprender además una etapa de seleccionar una o más de las fracciones de arenilla, posteriormente a la molienda de dichas fracciones, mediante el uso de uno o más tamices y la eliminación de una o más fracciones sobredimensionadas retenidas por dicho uno o más tamices.

En una realización, dicho uno o más tamices tienen un tamaño de abertura de 300  $\mu\text{m}$  o más fino, preferentemente de 300 a 45  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 250 a 50  $\mu\text{m}$ , y lo más preferentemente de 200 a 80  $\mu\text{m}$ .

La etapa anterior de cribado se puede utilizar para reducir aún más los tamaños de partículas de las fracciones de arenilla después de la molienda, por ejemplo para reducir la  $d_{50}$  o la  $d_{98}$ .

Independientemente de si la etapa de molienda (c) comprende una etapa de cribado adicional o no, la arenilla fina obtenida después de la etapa (c) se puede caracterizar por una distribución de tamaño de partícula específica.

En una realización, la arenilla fina de la etapa (c) tiene una  $d_{50}$  que oscila de 0,1 a 10,0  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 0,2 a 5,0  $\mu\text{m}$ , y más preferentemente de 0,3 a 3,0  $\mu\text{m}$ .

Adicionalmente o como alternativa a la  $d_{50}$ , la arenilla fina de la etapa (c) puede tener una  $d_{98}$  que oscila de 2,0 a 20,0  $\mu\text{m}$ , preferentemente del 5,0 al 15,0  $\mu\text{m}$ , y más preferentemente de 6,0 a 12,0  $\mu\text{m}$ .

#### Etapa (d) - carbonatación

En la etapa (d) del proceso de acuerdo con la presente invención, la arenilla fina de la etapa (c), o una mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c) se someten a una etapa de carbonatación.

Independientemente de si solo se carbonatada la arenilla fina o una mezcla que comprende arenilla fina y lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en la etapa (d), el contenido de sólidos durante dicha etapa puede variar del 1,0 al 40,0 % en peso, preferentemente del 5,0 al 35,0 % en peso, y más preferentemente del 10,0 al 32,0 % en peso, basado en el peso total de dicha lechada de cal.

En general, también es posible ajustar el contenido de sólidos de la arenilla fina de la etapa (c), o la mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c) a las necesidades específicas del proceso, por ejemplo, a cualquiera de los valores especificados anteriormente en el presente documento o cualquier otro valor adecuado, por ejemplo, mediante la adición o eliminación parcial de agua.

5 En dicha etapa de carbonatación, la arenilla fina de la etapa (c), o una mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c) entran en contacto con dióxido de carbono que puede introducirse en el proceso, por ejemplo, por inyección de dióxido de carbono gaseoso, dependiendo de su condición física. Como ya se ha descrito anteriormente, el carbonato de calcio precipitado  
10 formado en dicha etapa de carbonatación resulta de la conversión de hidróxido cálcico que puede estar presente en la arenilla fina de la etapa (c) y, en particular, en la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b).

15 En general, es posible usar dióxido de carbono en cualquier condición física. Sin embargo, en la práctica, se preferirá usar dióxido de carbono sólido (denominado hielo seco), dióxido de carbono gaseoso o mezclas de los mismos.

20 En una realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, la etapa (d) comprende la inyección de dióxido de carbono gaseoso.

25 En los casos en que se inyecta dióxido de carbono gaseoso, es posible inyectar dióxido de carbono gaseoso no diluido (100 % en volumen de dióxido de carbono, basado en el volumen total de gas inyectado) o dióxido de carbono gaseoso diluido (por ejemplo, del 1,0 al 99,0 % en volumen de dióxido de carbono, basado en el volumen total de gas inyectado). En el último caso, el dióxido de carbono gaseoso se puede diluir con aire o nitrógeno gaseoso, prefiriéndose el aire. En algunas realizaciones, el gas de combustión puede inyectarse como una fuente para dióxido de carbono gaseoso diluido.

30 De acuerdo con una realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la etapa (d) comprende la inyección de dióxido de carbono gaseoso no diluido.

35 De acuerdo con otra realización, la etapa (d) comprende la inyección de dióxido de carbono gaseoso diluido que tiene una concentración del 2,0 al 75,0 % en volumen, preferentemente del 5,0 al 50,0 % en volumen, y más preferentemente del 10,0 al 35,0 % en volumen, basado en el volumen total de gas inyectado, donde dicho dióxido de carbono gaseoso se diluye preferentemente con aire.

Se encontró que los resultados de carbonatación óptimos en términos de brillo y distribución del tamaño de partícula se pueden obtener en casos donde la temperatura del material sometido a carbonatación se ajusta antes de la introducción de dióxido de carbono, por ejemplo, antes de la inyección de dióxido de carbono gaseoso.

40 En el sentido de la presente solicitud, la temperatura que se ajusta antes de la introducción de dióxido de carbono en la etapa de carbonatación (d) se denomina "temperatura de partida".

45 En algunas realizaciones del proceso de acuerdo con la presente invención, la temperatura de partida en la etapa (d) oscila de 5 a 80°C y preferentemente de 10 a 75°C.

En otra realización, la temperatura de partida en la etapa (d) oscila de 20 a 80°C, preferentemente de 30 a 70°C, y más preferentemente de 40 a 60°C.

50 Con respecto a las opciones (i) y (ii) descritas en la etapa (d) del proceso, en una realización, la etapa (d) del proceso puede consistir en someter a una etapa de carbonatación solo la arenilla fina de la etapa (c) (opción (i)).

Sin embargo, también es posible carbonatar solo una mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c) (opción (ii)).

55 Por lo tanto, en otra realización, la etapa (d) consiste en someter a una etapa de carbonatación la mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c), donde la arenilla fina se añade a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en una o más porciones.

60 En general, es posible añadir la arenilla fina en cualquier momento de la etapa de carbonatación (d). Por ejemplo, incluso es posible añadir la arenilla fina a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en un momento correspondiente al 0 o al 100 % de conversión de hidróxido de calcio en carbonato de calcio precipitado. Si se añade arenilla fina en el momento correspondiente al 0 % de conversión de hidróxido de calcio, esto puede verse como una adición antes de comenzar la carbonatación mediante la introducción de dióxido de carbono. Si se añade arenilla fina en el momento correspondiente al 100 % de conversión de hidróxido de calcio, esto puede verse como una  
65 adición de arenilla fina posterior a la conversión completa de hidróxido de calcio de la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla.

5 En caso de carbonatación combinada, los inventores encontraron que, para lograr resultados óptimos en términos de brillo y distribución del tamaño de partícula, puede ser beneficioso iniciar la etapa de carbonatación (d) en ausencia de arenilla fina mediante la introducción de dióxido de carbono (por ejemplo, inyectando dióxido de carbono gaseoso) en la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla, seguido de la adición de arenilla fina en una o más porciones.

10 Por lo tanto, de acuerdo con otra realización, la arenilla fina se añade a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en un momento que corresponde del 35 al 95 %, preferentemente del 50 al 90 %, y más preferentemente del 60 al 80 % de conversión de hidróxido de calcio en carbonato de calcio precipitado

15 En algunas realizaciones del proceso de acuerdo con la presente invención, la arenilla fina se añade a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en un momento que corresponde del 0 al 100 %, preferentemente del 35 al 95 %, más preferentemente del 50 al 90 %, y lo más preferentemente del 60 al 80 % de conversión de hidróxido cálcico en carbonato de calcio precipitado, donde la etapa (d) comprende la inyección de dióxido de carbono gaseoso diluido que tiene una concentración del 2,0 al 75,0 % en volumen, preferentemente del 5,0 al 50,0 % en volumen, y más preferentemente del 10,0 al 35,0 % en volumen, basado en el volumen total de gas inyectado, y donde dicho dióxido de carbono gaseoso se diluye preferentemente con aire.

20 Adicionalmente o como alternativa, también puede ser beneficioso añadir solo ciertas cantidades de arenilla fina a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla para obtener carbonato de calcio precipitado que tenga las propiedades ópticas deseadas como, por ejemplo, un alto brillo (R457).

25 Por lo tanto, de acuerdo con una realización, la cantidad total de arenilla fina añadida a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla puede variar del 0,1 al 15,0 % en peso, preferentemente del 0,2 al 10,0 % en peso, y más preferentemente del 0,5 al 5,0 % en peso, basado en el peso seco total.

30 El proceso de acuerdo con la presente invención puede comprender además una etapa de añadir al menos un aditivo seleccionado entre monosacáridos, disacáridos, ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas, ácido cítrico o citrato de sodio a la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) y/o la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y/o una o más de las fracciones de arenilla de la etapa (b) y/o la arenilla fina de la etapa (c) en un total del 0,005 al 1,0 % en peso, preferentemente del 0,01 al 0,5 % en peso, y más preferentemente del 0,02 al 0,2 % en peso, basado en los pesos secos totales.

35 Por lo tanto, en otra realización del proceso de acuerdo con la presente invención, la arenilla fina de la etapa (c) y también la mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c) sometida a carbonatación la etapa (d) puede comprender al menos un aditivo seleccionado entre monosacáridos, disacáridos, ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas, ácido cítrico o citrato de sodio en una cantidad total del 0,005 al 1,0 % en peso, preferentemente del 0,01 al 0,5 % en peso, y más preferentemente del 0,02 al 0,2 % en peso, basado en los pesos secos totales.

40 Preferentemente, dicho al menos un aditivo se selecciona entre sacarosa, ácido cítrico o citrato de sodio y más preferentemente es sacarosa.

#### 45 El carbonato de calcio precipitado

El producto que se puede obtener mediante el proceso de acuerdo con la presente invención es un carbonato de calcio precipitado.

50 Para mejorar aún más la distribución del tamaño de partícula u otros parámetros del carbonato de calcio precipitado, como el brillo (R457) o el área superficial específica, se puede llevar a cabo una etapa de clasificación opcional (por ejemplo, una etapa de filtrado) después de la etapa de carbonatación (d).

55 En una realización del proceso de acuerdo con la presente invención, el proceso comprende así una etapa adicional de selección del carbonato de calcio precipitado obtenido en la etapa de carbonatación (d) mediante el uso de uno o más tamices, preferentemente dichos tamices tienen un tamaño de abertura de 300  $\mu\text{m}$  o más fino, preferentemente de 300 a 45  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 250 a 50  $\mu\text{m}$ , y lo más preferentemente de 200 a 80  $\mu\text{m}$ .

60 Preferentemente, el proceso de acuerdo con la presente invención comprende una etapa adicional de clasificación del carbonato de calcio precipitado obtenido en la etapa de carbonatación (d) mediante el uso de un ciclón o clasificador de aire.

El carbonato de calcio precipitado que se puede obtener mediante el proceso de acuerdo con la presente invención se puede caracterizar por una distribución de tamaño de partícula específica.

65 En una realización, el carbonato de calcio precipitado tiene una  $d_{50}$  que oscila de 0,1 a 10,0  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 0,2 a 5,0  $\mu\text{m}$ , y más preferentemente de 0,3 a 3,0  $\mu\text{m}$ .

Adicionalmente o como alternativa a la  $d_{50}$ , el carbonato de calcio precipitado puede tener una  $d_{98}$  que oscila de 2,0 a 20,0  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 5,0 a 15,0  $\mu\text{m}$ , y más preferentemente de 6,0 a 12,0  $\mu\text{m}$ .

5 Los inventores descubrieron que el carbonato de calcio precipitado preparado de acuerdo con el proceso de la invención exhibe propiedades ópticas de buenas a excelentes (por ejemplo, alto brillo) aunque se usen cantidades considerables de arenilla en la etapa de carbonatación (d).

10 Según una realización, el producto obtenible según la presente invención tiene un brillo (R457) de al menos el 80,0 %, preferentemente de al menos el 90,0 %, más preferentemente de al menos el 92,0 %, incluso más preferentemente de al menos el 93,0 %, y lo más preferentemente de al menos el 93,5 %.

15 En algunos casos, por ejemplo en el caso de la carbonatación de una mezcla que comprende arenilla fina y lechada de cal con un contenido reducido en arenilla (opción (ii) de la etapa (d)), el producto obtenible de acuerdo con la presente invención puede tener un brillo (R457) de al menos el 90,0 %, preferentemente de al menos el 92,0 %, más preferentemente de al menos el 93,0 %, y lo más preferentemente de al menos el 93,5 %.

20 Como el proceso de acuerdo con la presente invención puede comprender una etapa de añadir al menos un aditivo a la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) y/o la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y/o una o más de las fracciones de arenilla de la etapa (b) y/o la arenilla fina de la etapa (c), el carbonato de calcio precipitado obtenible de acuerdo con el proceso de la presente invención puede comprender al menos un aditivo seleccionado entre monosacáridos, disacáridos, ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas, ácido cítrico o citrato de sodio en una cantidad total del 0,005 al 1,0 % en peso, preferentemente del 0,01 al 0,5 % en peso, y más preferentemente del 0,02 al 0,2 % en peso, basado en el peso total en seco.

25 Preferentemente, dicho al menos un aditivo se selecciona entre sacarosa, ácido cítrico o citrato de sodio y más preferentemente es sacarosa.

30 El experto apreciará que es posible usar aditivos adicionales en cualquier etapa del proceso de la invención. A este respecto, es posible usar agentes abrillantadores, tales como ditionito sódico, durante la etapa de molienda (c) para aumentar aún más el brillo (R457) del producto final.

35 Adicionalmente o como alternativa, también es posible someter el carbonato de calcio precipitado del proceso de la invención a etapas adicionales, por ejemplo, a un tratamiento de superficie o a una etapa de modificación superficial. Incluso es posible usar el carbonato de calcio precipitado del proceso de la invención como material de siembra en reacciones de carbonatación adicionales. Dependiendo del uso del carbonato de calcio precipitado, el producto que se puede obtener de acuerdo con la presente invención se puede secar adicionalmente por cualquier método conocido.

40 También es posible mezclar el carbonato de calcio precipitado que se puede obtener de acuerdo con la presente invención, en estado húmedo o seco, con otros materiales de carga (por ejemplo, materiales de carga mineral).

45 De acuerdo con un aspecto adicional, el carbonato de calcio precipitado obtenible de acuerdo con la presente invención se puede usar en composiciones poliméricas, fabricación de papel, productos de papel, revestimientos de papel, aplicaciones agrícolas, pinturas, adhesivos, selladores, aplicaciones de construcción, aplicaciones alimentarias, aplicaciones farmacéuticas o aplicaciones cosméticas. Para este fin, el carbonato de calcio precipitado que puede obtenerse de acuerdo con la presente invención se puede usar directamente o después de someterlo a una o más de las etapas adicionales mencionadas anteriormente o cualesquiera otras conocidas.

50 Debido a sus buenas propiedades ópticas y a su distribución del tamaño de partículas finas, el carbonato de calcio precipitado que puede obtenerse de acuerdo con la presente invención se puede usar ventajosamente como material de carga en papel o en revestimientos de papel.

### Ejemplos

55 El alcance y el interés de la invención se pueden entender mejor sobre la base de los siguientes ejemplos que están destinados a ilustrar realizaciones de la presente invención. Sin embargo, no se debe interpretar que limitan el alcance de las reivindicaciones de ninguna manera.

#### Ejemplo 1 - Separación de la arenilla

60 En una primera prueba, el óxido de calcio se apagó con 5 partes en peso de agua a 230 rpm durante 25 minutos, durante los cuales la temperatura se mantuvo a 40°C. La lechada de cal obtenida se cribó a través de un tamiz que tenía un tamaño de abertura de 200  $\mu\text{m}$  para obtener una lechada de cal con un contenido reducido en arenilla y una fracción de arenilla.

65 En una segunda prueba, se apagaron 200 kg de óxido de calcio con 1700 kg de agua a 40°C. La lechada de cal obtenida se cribó a través de un tamiz que tenía un tamaño de abertura de 200  $\mu\text{m}$  para obtener una lechada de cal

con un contenido reducido en arenilla y una fracción de arenilla.

### Ejemplo 2 - Ensayos de molienda, producción de arenilla fina

5 Se utilizó una fracción de arenilla ( $d_{50} = 1,1$  mm) obtenida a partir del cribado de lechada de cal a través de un tamiz que tiene un tamaño de abertura de 200  $\mu\text{m}$  en los siguientes ensayos de molienda para producir arenilla fina. Para este fin, la fracción de arenilla se cargó en un molino de arena octogonal (volumen: 1,8  $\text{m}^3$ ; número de deflectores: 4; cuentas: 1200 kg de Microbits de Bitossi de 1,5 a 2,5 mm). La molienda se llevó a cabo en un proceso continuo para producir arenilla fina utilizando una rejilla de 0,4 mm como la salida del molino que se instaló al 34 % de la altura vertical total de 1400 mm y equipado con una bomba. Se instaló un tamiz de red doble con tamaños de abertura de 100 y 45  $\mu\text{m}$ , respectivamente, aguas abajo de dicha bomba. Se añadieron cantidades variables de sacarosa, basadas en el peso seco de la lechada de cal, en los Ensayos 2 a 5 con el fin de reducir la viscosidad de los lotes de molienda. Los ensayos de molienda se enumeran en la Tabla 1 a continuación.

15 Tabla 1: Resultados de la molienda de arenilla ( $n/d$  = no determinado), dt se refiere a toneladas secas.

		Ensayo				
		1	2	3	4	5
Entrada del molino	Velocidad de flujo [dt/h]	0,50	0,53	0,66	0,79	0,79
	Sacarosa [kg/h]	0,00	3,00	3,30	4,00	11,9
	Contenido de sólidos [% en peso]	25,3	39,4	42,6	46,8	53,8
Salida del molino	$d_{50}$ [ $\mu\text{m}$ ]	2,1	1,5	1,7	1,9	$n/d$
	$d_{98}$ [ $\mu\text{m}$ ]	20	17	16	19	$n/d$
	pH	12,7	12,7	12,7	12,6	$n/d$
	Viscosidad [mPa·s]	85	600	639	875	2388
	Brillo (R457) [%]	79,3	80,1	79,7	79,5	$n/d$
	Energía de molienda [kWh/t]	241	205	160	133	$n/d$

En el ensayo 5, la bomba en la salida vertical no fue capaz de bombear la suspensión debido a la alta viscosidad. Sin embargo, el molino de arena todavía podía funcionar correctamente a este alto contenido de sólidos y no se observó bloqueo de la rejilla de 0,4 mm.

20

### Ejemplo 3 - Carbonatación de arenilla fina

Arenilla fina que tiene una  $d_{50}$  de 1,9 m, una  $d_{98}$  de 19  $\mu\text{m}$  y un brillo (R457) del 79,5 % obtenida a partir de arenilla de molienda (Ejemplo 2, Ensayo 4) se cargó en un vaso de precipitados de vidrio y se ajustó a aproximadamente al 15 % en peso de contenido de sólidos y se introdujo el 100 % de dióxido de carbono hasta que se alcanzó un pH por debajo de 7. El producto obtenido mostró una  $d_{98}$  de 10  $\mu\text{m}$  y el brillo (R457) fue del 82,8 % en comparación con el 79,5 % del material de partida.

25

### Ejemplo 4 - Carbonatación combinada de arenilla fina y lechada de cal con un contenido reducido en arenilla utilizando diferentes cantidades de arenilla fina

30

Como muestra de referencia (Ensayo 1), se apagaron 200 kg de óxido de calcio con 1700 kg de agua a 40°C. La lechada de cal obtenida se cribó a través de un tamiz que tenía un tamaño de abertura de 200  $\mu\text{m}$ . La lechada de cal con un contenido reducido en arenilla obtenida se calentó a 50°C y se añadió el 0,04 % en peso de sacarosa, basado en el peso seco de la lechada de cal. La carbonatación se realizó inyectando un 20 % de dióxido de carbono a 200  $\text{Nm}^3/\text{h}$  y 240 rpm hasta 5 minutos después de la conductividad mínima.

35

Se llevaron a cabo ensayos de carbonatación adicionales en condiciones idénticas, en las que se añadieron diferentes cantidades de arenilla fina con una  $d_{50}$  de 1,9  $\mu\text{m}$ , una  $d_{98}$  de 19  $\mu\text{m}$  y un brillo (R457) del 79,5 % obtenida de la molienda de arenilla (Ejemplo 2, Ensayo 4) y también diferentes cantidades de sacarosa, ambas basadas en el peso seco de la lechada de cal, antes de la carbonatación (Ensayos 2 a 5). El producto de carbonatación se cribó con un tamaño de abertura de 45  $\mu\text{m}$  antes de la determinación del brillo (R457) y la distribución del tamaño de partícula del producto cribado, así como el porcentaje de material retenido (véase la Tabla 2). El material sobredimensionado retenido se sometió a análisis XRD usando un sistema XRD avanzado Bruker AXS D8 (difracción Bragg de 5 a 100° 2theta, radiación Cu K- $\alpha$ , ranuras de divergencia automatizadas, detector lineal sensible a la posición, corriente y voltaje del tubo: 50 mA, 35 kV; tamaño de paso: 0,02° 2theta; tiempo de recuento: 0,5 s por paso; para obtener resultados, ver la Tabla 3).

40

45

Tabla 2: Resultados de la carbonatación combinada.

	Ensayo				
	1	2	3	4	5
Sacarosa [% en peso]	0,04	0,06	0,06	0,06	0,00
Arenilla fina [% en peso]	0,00	1,35	4,05	8,10	8,10
Brillo (R457) [%]	94,7	94,4	94,2	93,6	93,4

	Ensayo				
	1	2	3	4	5
<b>Residuos &gt; 45 <math>\mu\text{m}</math> [% en peso]</b>	0,38	0,30	0,30	0,28	0,26
<b><math>d_{50}</math> [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,8	2,2	2,0	1,6	1,7
<b><math>d_{98}</math> [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	5,3	4,5	4,0	4,0	4,1

Tabla 3: Análisis de XRD de 45  $\mu\text{m}$  de residuos de tamiz.

[% en peso]	Ensayo				
	1	2	3	4	5
<b>Aragonito</b>	1,83	1,95	0,00	0,00	0,88
<b>Calcita</b>	93,00	92,44	94,19	93,25	90,97
<b>Cristobalita</b>	0,21	0,23	0,26	0,41	0,39
<b>Dolomita</b>	0,00	0,50	0,07	0,32	0,07
<b>Gehlenita</b>	0,88	1,53	2,27	1,80	2,55
<b>Larnita</b>	1,68	1,54	1,10	1,62	1,40
<b>Plagioclasa</b>	0,12	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>Cuarzo</b>	2,28	0,00	2,19	2,60	3,74
<b>Mica blanca</b>	0,00	0,18	0,00	0,00	0,00

### 5 Ejemplo 5 - Carbonatación combinada de arenilla fina y lechada de cal con un contenido reducido en arenilla con la adición dependiente del tiempo de arenilla fina

Como muestra de referencia (Ensayo 1), el óxido de calcio se apagó con 5 partes en peso de agua a 230 rpm durante 25 minutos, durante los cuales la temperatura se mantuvo a 40°C. La lechada de cal obtenida se cribó a través de un tamiz que tenía un tamaño de abertura de 200  $\mu\text{m}$ . La lechada de cal con un contenido reducido en arenilla obtenida se calentó a 50°C y se añadió el 0,08 % en peso de sacarosa, basado en el peso seco de la lechada de cal. La carbonatación se realizó inyectando un 20 % de dióxido de carbono a 15 l/min y 750 rpm hasta 5 minutos después de la conductividad mínima.

Se llevaron a cabo ensayos adicionales de carbonatación bajo condiciones idénticas, donde se añadió de arenilla fina que tiene una  $d_{50}$  de 1,9  $\mu\text{m}$  y un brillo (R457) del 81,0 % en diferentes momentos que corresponden a una conversión del hidróxido de calcio como se indica a continuación en la Tabla 4 (Ensayos 2 a 6).

Todos los productos de carbonatación se cribaron con un tamaño de abertura de 45  $\mu\text{m}$  antes de su caracterización.

20 Tabla 4: Resultados de la adición de arenilla dependiente del tiempo (*n/a* = no aplicable).

	Ensayo					
	1	2	3	4	5	6
<b>Sacarosa [% en peso]</b>	0,08	0,06	0,06	0,06	0,06	0,04
<b>Arenilla fina [% en peso]</b>	0,00	4,00	4,00	4,00	4,00	8,00
<b>Conversión al añadir arenilla [%]</b>	<i>n/a</i>	27	41	66	95	68
<b>Brillo (R457) [%]</b>	94,7	93,7	94,3	95,1	93,0	94,2
<b><math>d_{50}</math> [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	2,2	2,2	2,5	2,3	2,4	2,3
<b>Área de superficie específica [<math>\text{m}^2/\text{g}</math>]</b>	7,8	6,6	6,9	6,8	6,1	6,7

Todos los ensayos de adición de arenilla 2 a 6 arrojaron buenos valores de brillo (R457) del 93,0 % o más. En el ensayo 4, el brillo fue incluso mayor que en el ensayo comparativo 1.

### 25 Ejemplo 6 - Uso de carbonato de calcio precipitado en hojas de prueba

El óxido de calcio se apagó con 5 partes en peso de agua a 230 rpm durante 25 minutos, durante los cuales la temperatura se mantuvo a 40°C. Una parte por peso de la lechada de cal obtenida se mezcló con una parte por peso del PCC obtenido de acuerdo con el Ensayo 6 del Ejemplo 5 (8,00 % en peso añadido al 68 % de conversión) antes de la carbonatación que posteriormente se realizó inyectando el 20 % de dióxido de carbono a 15 l/min y 750 rpm hasta 5 minutos después de la conductividad mínima.

Para el estudio de la hoja de prueba, se utilizó pulpa de eucalipto (fibras estándar FPI TSI-Lab FP) refinada a 30°SR. En el ensayo 1 del presente estudio, se preparó una suspensión acuosa diluyendo 80 g (seco) de pulpa y 17 g de PCC como se ha descrito anteriormente hasta un volumen total de 10  $\text{dm}^3$ . La suspensión obtenida se agitó durante 30 minutos. Posteriormente, se mezclaron 450 ml de la suspensión obtenida con el 0,06 % en peso (basado en peso seco) de poliacrilamida (Polymin 1530, disponible en el mercado de BASF, Ludwigshafen, Alemania) como adyuvante de retención. Luego, se formaron hojas de prueba de 75  $\text{g}/\text{m}^2$  utilizando un formador de hojas de prueba Rapid-Köthen. Cada hoja de prueba se presionó durante 1 minuto a 0,42 MPa en una prensa húmeda utilizando un tablero de cromado y dos fieltros acondicionados (pretratamiento con agua del grifo durante 2 a 3 min). Las hojas se

## ES 2 649 468 T3

secaron durante 6 minutos a 105°C. El contenido de carga de las hojas de prueba se controló y ajustó, en caso necesario.

- 5 Se produjeron otras hojas de prueba bajo condiciones idénticas por el uso del PCC de los Ensayos 2 y 4 del Ejemplo 5, así como de PCC comercial (Omya Syncarb® 270), ver los ensayos B-D en la Tabla 5 a continuación.

Tabla 5: Estudios de hojas de prueba.

	<b>Ensayo</b>			
	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>
<b>Tipo de carga</b>	Ejemplo 5 Ensayo 6 + Lechada de cal (1:1)	Ejemplo 5 Ensayo 2	Ejemplo 5 Ensayo 4	Omya Syncarb® 270
<b>Contenido de carga [% en peso]</b>	19,4	19,4	19,5	19,3
<b>Densidad aparente [cm<sup>3</sup>/g]</b>	1,75	1,73	1,74	1,69
<b>Opacidad [%]</b>	90,4	90,8	90,7	90,1

- 10 Las hojas de prueba obtenidas muestran una mayor densidad aparente así como una mayor opacidad a contenidos de carga iguales.

- 15 El contenido de carga de las hojas de prueba se determinó después de que se alcanzase un peso constante tras la incineración rápida de una cuarta parte de la muestra de la hoja de prueba a 570°C en un horno de mufla. Después de que se completó la combustión, el residuo se transfirió a un desecador y se dejó enfriar. Después de alcanzar la temperatura ambiente, se midió el peso del residuo y la masa se correlacionó con el peso inicial de la cuarta parte de la hoja de prueba. Para determinar el gramaje, las hojas de prueba se mantuvieron a 23°C y el 50 % de humedad relativa durante 24 horas. La opacidad se determinó según la norma DIN 53146.

## REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la preparación de carbonato de calcio precipitado, el proceso que comprende las etapas de:
- 5 (a) proporcionar lechada de cal;  
 (b) separar, en una o más etapas, la arenilla de la lechada de cal proporcionada en la etapa (a), dicha arenilla que corresponde a una fracción sobredimensionada retenida por un tamiz que tiene un tamaño de abertura de 400  $\mu\text{m}$  o más fino, para obtener:
- 10 (i) la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla, y  
 (ii) una o más fracciones de arenilla;
- (c) moler una o más de las fracciones de arenilla de la etapa (b) en al menos una unidad de molienda para obtener arenilla fina; y
- 15 (d) someter a una etapa de carbonatación:
- (i) la arenilla fina de la etapa (c), o  
 (ii) una mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c);
- 20 donde dicha etapa de carbonatación comprende la introducción de dióxido de carbono para obtener carbonato de calcio precipitado.
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la lechada de cal proporcionada en la etapa (a) tiene un contenido de sólidos del 1,0 al 40,0 % en peso, preferentemente del 5,0 al 35,0 % en peso, y más preferentemente del 10,0 al 32,0 % en peso, basado en el peso total de dicha lechada de cal.
- 25 3. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, donde la etapa (b) comprende una etapa de cribado mediante el uso de uno o más tamices que tienen un tamaño de abertura de 400  $\mu\text{m}$  o más fino, preferentemente de 400 a 150  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 350 a 180  $\mu\text{m}$ , y lo más preferentemente de 250 a 200  $\mu\text{m}$ .
- 30 4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la al menos una unidad de molienda de la etapa (c) comprende un molino de arena, un molino de rodillos, un molino de bolas o un molino de martillos, preferentemente la al menos una unidad de molienda de la etapa (c) comprende un molino de arena.
- 35 5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, donde el contenido de sólidos de las fracciones de arenilla durante la molienda está en el intervalo del 20,0 al 80,0 % en peso, preferentemente del 25,0 al 50,0 % en peso, y más preferentemente del 30,0 al 45,0 % en peso, basado en el peso total de las fracciones de arenilla.
- 40 6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, donde la etapa (c) comprende adicionalmente una etapa de cribado de una o más de las fracciones de arenilla, posteriormente a la molienda de dichas fracciones, mediante el uso de uno o más tamices y la eliminación de una o más fracciones sobredimensionadas retenidas por dicho uno o más tamices.
- 45 7. El proceso de acuerdo con la reivindicación 6, donde dichos uno o más tamices tienen un tamaño de abertura de 300  $\mu\text{m}$  o más fino, preferentemente de 300 a 45  $\mu\text{m}$ , más preferentemente de 250 a 50  $\mu\text{m}$ , y lo más preferentemente de 200 a 80  $\mu\text{m}$ .
- 50 8. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, donde la arenilla fina de la etapa (c) tiene una  $d_{50}$  que oscila de 0,1 a 10,0  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 0,2 a 5,0  $\mu\text{m}$ , y más preferentemente de 0,3 a 3,0  $\mu\text{m}$ .
9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, donde la arenilla fina de la etapa (c) tiene un  $d_{98}$  que oscila de 2,0 a 20,0  $\mu\text{m}$ , preferentemente de 5,0 a 15,0  $\mu\text{m}$ , y más preferentemente de 6,0 a 12,0  $\mu\text{m}$ .
- 55 10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, donde la temperatura de partida en la etapa (d) oscila de 5 a 80°C y preferentemente de 10 a 75°C.
- 60 11. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde dicho proceso comprende además una etapa de añadir al menos un aditivo seleccionado entre monosacáridos, disacáridos, ácidos poliacrílicos en sus formas neutralizadas o parcialmente neutralizadas, ácido cítrico o citrato de sodio a la lechada de la cal proporcionada en la etapa (a) y/o la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y/o una o más de las fracciones de arenilla de la etapa (b) y/o la arenilla fina de la etapa (c) en una cantidad total del 0,005 al
- 65 1,0 % en peso, preferentemente del 0,01 al 0,5 % en peso, y más preferentemente del 0,02 al 0,2 % en peso, basado en los pesos secos totales.

12. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, donde la etapa (d) consiste en someter a una etapa de carbonatación la fina arenilla de la etapa (c).
- 5 13. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, donde la etapa (d) consiste en someter a una etapa de carbonatación la mezcla que comprende la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla de la etapa (b) y la arenilla fina de la etapa (c) y donde la arenilla fina se añade a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en una o más porciones.
- 10 14. El proceso de acuerdo con la reivindicación 13, donde la cantidad total de arenilla fina añadida a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla oscila del 0,1 al 15,0 % en peso, preferentemente del 0,2 al 10,0 % en peso, y más preferentemente del 0,5 al 5,0 % en peso, basado en el peso seco total.
- 15 15. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 13 o 14, donde la arenilla fina se añade a la lechada de cal con un contenido reducido en arenilla en un momento que corresponde del 0 al 100 %, preferentemente del 35 al 95 %, más preferentemente del 50 al 90 %, y lo más preferentemente del 60 al 80 % de conversión de hidróxido cálcico en carbonato de calcio precipitado.

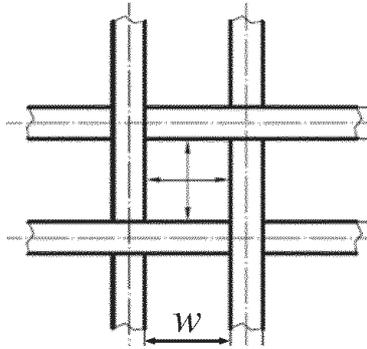


Figura 1: Tamaño de abertura (símbolo "w")