

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 856 201**

51 Int. Cl.:

C09C 3/06	(2006.01)	C01F 11/02	(2006.01)
C08K 9/10	(2006.01)		
B05D 1/30	(2006.01)		
B05C 3/00	(2006.01)		
C01F 11/18	(2006.01)		
C09C 1/02	(2006.01)		
C08K 9/02	(2006.01)		
C08J 3/20	(2006.01)		
C01B 11/18	(2006.01)		
C01B 11/02	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA MODIFICADA
TRAS OPOSICIÓN

T5

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.10.2012** **PCT/CA2012/050722**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.04.2013** **WO13053064**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.10.2012** **E 12840442 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea modificada tras oposición: **21.12.2022** **EP 2766434**

54 Título: **Método y aparato para la preparación de partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio**

30 Prioridad:

13.10.2011 US 201161546675 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente modificada:
03.05.2023

73 Titular/es:

BIOSENTA INC. (100.0%)
1120 Finch Avenue West, Suite 503
Toronto ON M3J 3H7, CA

72 Inventor/es:

MARTIN, MARCUS E. y
PARDIAK, EDWARD K.

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 856 201 T5

DESCRIPCIÓN

Método y aparato para la preparación de partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio

5 CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un método para preparar partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio usando hidróxido de calcio y dióxido de carbono como materiales de partida. Más específicamente, la invención se refiere al uso de hielo seco como fuente de dióxido de carbono en el método para preparar partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio. La solicitud se refiere además a un aparato para llevar a cabo el método.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En la producción de gas acetileno, uno de los subproductos de desecho es la "cal de carburo". Las patentes canadienses n.ºs 2.213.086 y 2.296.609, y la patente estadounidense n.º 6.310.129 ("la patente '129") describen cada una un método para convertir material de desecho de "cal de carburo" sin procesar en una composición que puede usarse como carga en materiales de resina termoplástica. Las tres patentes contienen esencialmente la misma divulgación, y normalmente se hará referencia a la patente '129 a continuación en el presente documento y es representativa de las tres. Tal como se describe en la patente '129, el método comprende tamizar la cal de carburo sin procesar para una reducción de tamaño, secar la cal de carburo tamizada para obtener un contenido de baja humedad y un contenido de carbonato de calcio por debajo del 25 por ciento, moler de manera fina el material secado y clasificar las partículas molidas finas para separar una fracción de los particulados que tiene un tamaño de partícula deseado y una densidad relativa menor correspondiente. Tal como se describe en la patente '129, este método da como resultado una composición de cal de carburo procesada que comprende del 70 al 85 por ciento en peso de hidróxido de calcio y del 5 al 25 por ciento en peso de carbonato de calcio, en la que el carbonato de calcio está en forma de carbonatación superficial sobre el hidróxido de calcio. De manera similar, el documento US 6.310.129 enseña un proceso para la fabricación de cal de carburo en una forma adecuada para su uso como carga en materiales termoplásticos. En el documento EP 0 459 399 A1 se añade agua a una suspensión en metanol de cal (no apagada y/o apagada). El gas dióxido de carbono se deja pasar a través de la mezcla para una reacción de carbonatación para producir el carbonato de calcio vaterita.

Desde la aparición de la composición de carga de cal de carburo procesada descrita en la patente '129, se han descubierto ciertos beneficios e inconvenientes de la composición de cal de carburo procesada. Una cualidad beneficiosa muy significativa descubierta es que cuando la composición de cal de carburo procesada se usa como carga y se mezcla con una resina para producir productos moldeados de resina, la composición confiere propiedades esterilizantes al producto moldeado. Se conoce que el hidróxido de calcio, un constituyente principal de la composición de carga de cal de carburo, tiene propiedades antibacterianas, antivirales y antifúngicas que pueden durar hasta cien años. Los productos moldeados de resina hechos usando las composiciones de carga de cal de carburo procesadas se benefician aparentemente del contenido de hidróxido de calcio y están esencialmente esterilizados. Esta característica hace que los productos moldeados de resina hechos con las composiciones de cal de carburo procesadas sean especialmente útiles en aplicaciones en las que la esterilización es importante.

Otros beneficio conferido a los productos moldeados de resina de poli(cloruro de vinilo) (PVC) hechos con la composición de carga de cal de carburo procesada es la capacidad del hidróxido de calcio de neutralizar gases tóxicos de la combustión de PVC. El hidróxido de calcio reacciona favorablemente con gas cloruro tóxico producido por la combustión de PVC, dando como resultado dos sustancias inocuas, es decir, agua y sal. Una cualidad complementaria es que la composición de carga de cal de carburo también es retardadora de la llama debido a su alto punto de fusión y presenta un efecto de "carbón duro" tras quemarse. En consecuencia, un recubrimiento para cableado eléctrico, por ejemplo, que esté hecho a partir de una resina que contenga la composición de carga de cal de carburo procesada, no se descompondrá simplemente cuando se someta a fuego. En su lugar, el recubrimiento formará un recubrimiento duro sobre el cable, impidiendo así potencialmente un peligro adicional.

Tal como se explica en la patente '129, hidróxido de calcio "sintético" comercial se ha usado, o el uso del mismo se ha investigado, como cargas en sistemas de moldeo de resina. Algunas limitaciones y deficiencias del uso de hidróxido de calcio como carga se describen también en esa patente. También se conoce el uso de carbonato de calcio como material de carga en sistemas de moldeo de resina. Hay numerosos procesos conocidos para producir carbonato de calcio, tal como se describe en, por ejemplo, el documento WO 2006/005793 A1 y las patentes estadounidenses n.ºs 6.458.335 y 6.475.459 ("la patente '459"). La patente '459, por ejemplo, describe un proceso para producir carbonato de calcio precipitado y explica que el uso de carbonato de calcio precipitado está creciendo en diversas industrias, tales como las industrias del papel, del plástico y farmacéutica. El proceso para preparar partículas de carbonato de calcio descrito en la patente '459 comprende hacer reaccionar un material de partida que contiene óxido de calcio con iones carbonato en presencia de agua para producir carbonato de calcio y recuperar el carbonato de calcio, caracterizado porque la formación se lleva a cabo directamente de óxido de calcio a carbonato de calcio sin fases intermedias. Adicionalmente, el proceso se lleva a cabo con agitación intensa de modo que el carbonato de calcio se

desprende de la superficie del hidróxido de calcio. Otros métodos conocidos en la técnica para la fabricación de partículas de carbonato de calcio se describen en numerosas solicitudes de patente listadas en la patente '459.

El carbonato de calcio no presenta, y no confiere, las propiedades antimicrobianas o retardadoras de la llama mencionadas anteriormente a los productos moldeados de resina. No se ha encontrado que el hidróxido de calcio no modificado sin el recubrimiento superficial de carbonato de calcio sea tan útil como el hidróxido de calcio recubierto para su aplicación como carga para productos moldeados de resina. Esto se debe aparentemente a que la carbonatación superficial proporciona un recubrimiento protector sobre las partículas de hidróxido de calcio que permite que las partículas se incorporen a la matriz de resina de una manera en la que el hidróxido de calcio no modificado no puede.

La patente estadounidense n.º 7.883.681 ("la patente '681") da a conocer el uso de partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio como material de carga en productos moldeados de resina de poli(cloruro de vinilo) (PVC). Se encontró que estas partículas combinan la ventaja del carbonato de calcio de incorporarse fácilmente en resina de PVC al tiempo que conservan las propiedades ventajosas del hidróxido de calcio, incluyendo las propiedades antimicrobianas y retardantes de la llama. En particular, la patente '681 da a conocer un método de elaboración de partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio que comprenden el 70-80% en peso de hidróxido de calcio y aproximadamente el 5-25% en peso de carbonato de calcio en forma de un recubrimiento sobre la superficie de las partículas de hidróxido de calcio.

La patente '681 enseña un método de elaborar las partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato que comprende suspender las partículas de hidróxido de calcio en el aire; carbonatar dichas partículas suspendidas mediante la exposición a dióxido de carbono; y llevar a cabo la reacción de carbonatación durante un periodo de tiempo predeterminado para crear una carbonatación superficial sobre el hidróxido de calcio en las proporciones descritas anteriormente. La patente '681 describe usar un gas, tal como aire, que contiene dióxido de carbono como fuente de dióxido de carbono y describe además soplar el gas al interior de un recipiente que contiene las partículas de hidróxido de calcio suspendidas, para crear la carbonatación superficial sobre las partículas suspendidas. Este es un proceso de impacto. Por consiguiente, la cantidad de dióxido de carbono se controla mediante la duración del tiempo de exposición al gas que contiene dióxido de carbono. En una realización particular, la patente '681 enseña el uso del gas de escape de hornos de calcinación que contiene dióxido de carbono como subproducto de los procesos usados para obtener las partículas de óxido de calcio que entonces se hidratan para producir las partículas de hidróxido de calcio.

Un problema asociado con el método de la patente '681 es que hay un control limitado sobre la cantidad de exposición de dióxido de carbono de las partículas de hidróxido de calcio. Como resultado, puede ser difícil controlar de manera precisa la cantidad de carbonatación superficial de las partículas de hidróxido de calcio; esto puede dar como resultado una escasa reproducibilidad y partículas de producto inconsistentes.

Un problema adicional asociado con el método descrito en la patente '681 es que suspender las partículas de hidróxido de calcio en aire requiere una alta velocidad y condiciones turbulentas en el sistema. En un sistema de este tipo, las partículas de hidróxido de calcio chocarán entre sí dando como resultado partículas de forma y tamaño irregulares. Además, el flujo del dióxido de carbono entre las partículas suspendidas puede dar como resultado un recubrimiento irregular de carbonato de calcio sobre la superficie dando una forma "de tipo cometa" a las partículas recubiertas teniendo un lado redondeado en una cara y una cola en la cara opuesta. Además, la reacción descrita en la patente '681 se produce en corrientes de aire turbulentas a alta presión, provocando el impacto de gas dióxido de carbono una reducción del tamaño de partícula debido a molienda por abrasión. En este método, la relación de aspecto de las partículas se reduce y la cizalladura de partículas individuales puede descubrir más superficie de hidróxido de calcio, lo que puede ser perjudicial para la incorporación a resinas.

Además, el uso del gas de subproducto del proceso de calcinación tal como se describe en la patente '681 puede ser difícil de controlar, ya que no se conoce la cantidad exacta de dióxido de carbono en el gas de subproducto. Además, este método vincula los procesos entre sí de modo que tiene que realizarse en tándem y en proximidad estrecha, lo que puede ser limitante dependiendo de la fuente de materiales.

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

En un aspecto de la presente invención se proporciona un método de preparación de partículas de hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) recubiertas con carbonato de calcio (CaCO_3) que comprende: introducir partículas de hidróxido de calcio en un recipiente de reacción; hacer reaccionar las partículas de hidróxido de calcio con dióxido de carbono en forma de hielo seco introduciendo el hielo seco en el recipiente de reacción y permitiendo que el dióxido de carbono se mezcle conjuntamente con las partículas de hidróxido de calcio y reaccione para formar un recubrimiento de carbonato de calcio sobre la partícula de hidróxido de calcio; en el que la proporción de las partículas de hidróxido de calcio con respecto a hielo seco se controla basándose en la medición de una densidad relativa del producto de reacción para proporcionar partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio que comprenden el 70-95% p/p de hidróxido de calcio y el 5-30% p/p de recubrimiento superficial de carbonato de calcio.

En una realización de la invención, el mezclado conjunto de las partículas de hidróxido de calcio con el dióxido de carbono es mediante la sedimentación por gravedad de las partículas.

En una realización de la invención, las partículas de hidróxido de calcio son de aproximadamente 44 micras. En una realización adicional, las partículas de hidróxido de calcio están en forma de un polvo. En otra realización de la invención, las partículas de hidróxido de calcio tienen una distribución de tamaño que consiste en una población del 95% de partículas de 44 micras.

En una realización adicional, la proporción del hielo seco con respecto a hidróxido de calcio es de 31,8 kg (70 lb) de hielo seco por 907,2 kg (ton) de hidróxido de calcio para un recubrimiento superficial de carbonato de calcio del 20% p/p.

En un aspecto adicional de la invención se proporciona un aparato para preparar partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio que comprende:

un reactor;

una entrada para partículas de hidróxido de calcio;

una entrada para hielo seco;

un medidor de densidad para determinar la densidad relativa del producto de reacción, proporcionando la densidad relativa del producto de reacción una indicación del porcentaje de carbonatación superficial formada mediante la reacción del hielo seco e hidróxido de calcio; y mediante el cual puede aumentarse o disminuirse la cantidad de hielo seco introducido en el sistema para proporcionar un producto que tenga una densidad relativa y un porcentaje de carbonatación superficial seleccionados.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

Las características de la invención resultarán más evidentes en la siguiente descripción detallada en la que se hace referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

La Figura 1 es una representación de un sistema de reactores para la reacción de Ca(OH)_2 y hielo seco (CO_2) para proporcionar partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio.

La Figura 2a es un gráfico que indica el tamaño medio de partícula de las partículas de Ca(OH)_2 .

La Figura 2b es un gráfico que indica el porcentaje de conversión en volumen del Ca(OH)_2 a CaCO_3 en relación con la masa de las partículas de hidróxido de calcio.

La Figura 3a es un gráfico que indica el porcentaje de conversión en volumen del Ca(OH)_2 a CaCO_3 en relación con el tiempo.

La Figura 3b es un gráfico que indica la conversión de Ca(OH)_2 a CaCO_3 en relación con el tamaño de partícula.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Ahora se describirán realizaciones de la invención con referencia a las figuras.

Tal como se usa en el presente documento, el término "hielo seco" se refiere a dióxido de carbono (CO_2) en forma sólida que sublima para producir gas dióxido de carbono a temperatura ambiente.

Los términos "hidróxido de calcio" y " Ca(OH)_2 " se usan de manera intercambiable en el presente documento. De manera similar, los términos "carbonato de calcio" y " CaCO_3 " se usan de manera intercambiable en el presente documento.

Los términos "recubrimiento superficial" y "recubrimiento" tal como se usan en el presente documento hacen referencia a una capa de un material que cubre sustancialmente la superficie de una partícula de otro material.

En una realización de la invención se combinan partículas de hidróxido de calcio con hielo seco (CO_2) para proporcionar partículas de hidróxido de calcio (Ca(OH)_2) recubiertas con carbonato de calcio (CaCO_3). El hielo seco se añade en una relación medida con respecto a hidróxido de calcio con el fin de proporcionar una partícula final que comprenda el 70-95% p/p de hidróxido de calcio (núcleo) y el 5-30% p/p de recubrimiento superficial de carbonato de calcio sobre el núcleo. En una realización adicional, la partícula comprende el 70-85% p/p de hidróxido de calcio. En

un aspecto adicional de la invención, el recubrimiento de carbonato de calcio es el 15-30% p/p. Todavía en una realización adicional, el recubrimiento de carbonato de calcio es el 20% p/p.

En una realización de la invención, el tamaño de partícula de las partículas de hidróxido de calcio es de aproximadamente 44 micras. En una realización adicional, el tamaño de las partículas es de menos de 100 micras, en una realización adicional el tamaño de partícula es de menos de 75 micras. En una realización adicional, el tamaño medio de partícula es de 44 micras y la distribución de tamaño de las partículas consiste en una población del 95% de partículas de 44 micras según el estándar de la industria. En otra realización, el tamaño de partícula puede expresarse como tamaño de malla. En una realización particular, el tamaño de partícula es de menos 25 micras (600 de malla), en una realización adicional el tamaño de partícula es de menos 45 micras (325 de malla).

Se ha encontrado que para obtener un recubrimiento superficial del 20% en peso de carbonato de calcio sobre partículas de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ de 44 micras, se requieren 31,8 kg (70 lb) de hielo seco por 907,2 kg (ton) de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

En una realización particular, el tamaño de partícula de las partículas de hidróxido de calcio es de 44 micras. En una realización de la invención, se encontró que 28137 cm^3 (1 pie cúbico (cu ft)) de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en forma de polvo seco de 44 micras tienen un peso de 18,1 kg (40 libras (lb)). 0,45 kg (una libra) de hielo seco es igual a $0,25 \text{ m}^3$ (8,75 cu ft) de gas CO_2 a 101 kPa (1 atmósfera) y 21°C (70°F). Por consiguiente, para una conversión superficial del 20% de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a CaCO_3 , se requieren 31,8 kg (70 lb) de hielo seco por 907,2 kg (ton) de $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

La relación de hidróxido de calcio con respecto a dióxido de carbono puede variarse para proporcionar partículas que tengan un porcentaje de carbonación diferente. La relación de los componentes se basa en el tamaño de partícula y el peso por pie cúbico estándar seco compactado por normas ASTM para la densidad aparente de materiales en polvo. El gas dióxido de carbono sublimado produce el recubrimiento de carbonato sobre las superficies de partículas de hidróxido de calcio.

En un aspecto adicional de la invención, las partículas de hidróxido de calcio y las partículas de hielo seco pueden añadirse simultáneamente a un recipiente de reacción y permitirse que se mezclen mediante sedimentación por gravedad. No se requiere ninguna agitación adicional de las partículas de hidróxido de calcio, aunque se permite algo de agitación o mezclado de los reactivos. El hielo seco sublima a temperatura ambiente para envolver las partículas de hidróxido de calcio; esto proporciona un recubrimiento regular de carbonato de calcio sobre las partículas de hidróxido de calcio. La agitación mínima del hidróxido de calcio permite la conservación de la forma y el tamaño de la partícula tal como se añadió inicialmente a la reacción. Minimizar la agitación del material de partida también reduce el potencial de cambios en la morfología y el daño por impacto para la carbonatación superficial y la temprana liberación o exposición del material de hidróxido de calcio del núcleo.

En una realización particular, el material de partida de hidróxido de calcio contendrá partículas que tienen una distribución de tamaño estrecha y que tienen una forma esférica. Por consiguiente, las partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio de producto producidas mediante este método también tendrán una forma esférica y una distribución de tamaño estrecha. Se ha encontrado que las partículas de hielo seco pequeñas son las más efectivas a la hora de proporcionar una capa regular de carbonación. En una realización particular, el hielo seco está en forma de pequeños copos o partículas. Por ejemplo, las partículas de hielo seco tendrán un tamaño de aproximadamente 0,425 mm.

Además, se ha encontrado que el uso de hielo seco como fuente de dióxido de carbono combinado con el hidróxido de calcio de una manera conforme y no turbulenta proporciona un grosor más consistente de recubrimiento de carbonato de calcio alrededor de la circunferencia de la partícula, minimizando el efecto "de tipo cometa" que resulta de soplar gas dióxido de carbono sobre las partículas. Además, la agitación mínima requerida para el mezclado de los reactivos en esta reacción proporciona un grosor más consistente de recubrimiento de una partícula a la siguiente. También se ha encontrado que el uso de hielo seco como fuente de dióxido de carbono proporciona una forma de partícula de producto más lisa y más consistente. Se cree que esto se debe al hecho de que la tasa de reacción puede controlarse más fácilmente y se evita la agitación vigorosa que provoca colisiones de la partícula.

En un aspecto adicional de la invención, la reacción de hidróxido de calcio puede llevarse a cabo como reacción por lotes o como reacción de flujo continuo.

En un aspecto adicional de la invención se proporciona un aparato para llevar a cabo el método descrito anteriormente. En una realización de la invención, las partículas de hidróxido de calcio se combinan con hielo seco en un recipiente de reacción tal como un reactor de silo que tiene una entrada para hielo seco (CO_2) y una entrada para $\text{Ca}(\text{OH})_2$. La entrada usada para el hielo seco puede ser la misma o diferente de la entrada usada para $\text{Ca}(\text{OH})_2$. En una realización de la invención, el $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y el hielo seco se añadirán al recipiente de reacción al mismo tiempo ya sea a través de las mismas o diferentes entradas y se permitirá que se mezclen mediante sedimentación por gravedad descendente. En una realización adicional, las entradas pueden ser colectores de entrada. El reactor de silo puede estar dotado adicionalmente de una salida para la retirada del producto de reacción, las partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio.

La Figura 1 representa una realización particular del aparato. La Figura 1 muestra un suministro de transporte a granel (1) para suministrar partículas de hidróxido de calcio. Un silo de almacenamiento (2) para almacenar partículas de hidróxido de calcio y un medio para transferir el hidróxido de calcio desde el vehículo de suministro de transporte al silo de almacenamiento, por ejemplo, mediante descarga neumática. Se proporciona adicionalmente un medio para transferir el hidróxido de calcio desde el silo de almacenamiento (2) a un silo de reacción (3), por ejemplo, mediante un transportador aeromecánico. El silo de reacción (3) también tiene una entrada para dióxido de carbono (17), una entrada para hidróxido de calcio (18) y una salida (19) para retirar el producto de reacción. Se proporciona además un medio para transportar el producto hasta el silo de producto de suministro (5). El silo de reacción (3) puede tener además uno o más indicadores de nivel (10). El silo de reacción (3) también puede tener filtros de aire y/o indicadores de temperatura (12). El silo de reacción (3) puede tener además descargadores de contenedor de vibración (13). El producto de reacción descargado puede moverse hasta el silo de producto de suministro (5), que también puede tener filtros de aire y/o indicadores de temperatura (12).

La Figura 1 muestra también un tanque de dióxido de carbono (4) que contienen dióxido de carbono líquido para la planta de hielo seco. La planta de hielo seco comprende líquido de dióxido de carbono almacenado a alta presión y medios para convertir el dióxido de carbono líquido en hielo seco, por ejemplo, mediante el flujo del dióxido de carbono líquido a través de un mecanismo inyector o burbujeador al interior del silo de reacción (3) a presión reducida.

El silo de producto de suministro (5) de la figura 1 tiene además uno o más densímetros (9) y un termómetro (11). El silo de producto de suministro (5) también puede tener descargadores de contenedor de vibración (13). Tal como se muestra en la figura 1, el silo de producto de suministro puede tener una derivación de bobina de producto con válvula de dos vías, para dirigir el producto a o bien un vehículo de transporte a granel (7) o una línea de embolsado de producto (6). La Figura 1 muestra también válvulas de control de flujo (15) para controlar el flujo del hidróxido de calcio y dióxido de carbono al interior del silo de reacción (3).

La Figura 1 muestra además los controles de proceso (8) para controlar las válvulas de flujo y monitorizar los medidores e indicadores. Los controles de proceso pueden ser manuales o pueden ser automatizados.

En un aspecto adicional, el aparato puede comprender un medidor de densidad que se usa para determinar la densidad relativa de las partículas en la mezcla de reacción. En una realización particular se usa el medido de densidad nuclear Thermo Scientific disponible comercialmente. Un experto en la técnica entenderá que podrían usarse otros medidores de densidad.

La densidad relativa del hidróxido de calcio de material de partida puede medirse y la diferencia entre la densidad relativa del material de partida y del producto puede determinarse o estimarse. Basándose en la densidad relativa de las partículas en la mezcla de reacción, puede monitorizarse el progreso o grado de terminación de la reacción. Las condiciones de reacción pueden ajustarse, por ejemplo, añadiendo más hielo seco con el fin de conseguir el grado de reacción deseado.

El ajuste de las condiciones de reacción puede controlarse y optimizarse manualmente por parte de un operario que observa las mediciones de densidad y que ajuste los parámetros de reacción del proceso o puede controlarse y optimizarse mediante un ordenador que se ha programado para ajustar diversos parámetros de reacción basándose en las mediciones de densidad. En un aspecto adicional de la invención, el ordenador es un controlador lógico programable.

Se entenderá adicionalmente que pueden añadirse otros diversos medidores al recipiente de reacción para medir condiciones de reacción tales como los niveles de humedad, la temperatura, la presión y similares. Estas mediciones pueden usarse para ajustar las condiciones de reacción tales como el tiempo, la temperatura y/o la proporción de reactivos. Estas variables de los procesos pueden monitorizarse y ajustarse para conseguir un control de calidad consistente de las partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de producto finales.

Ahora se describirá una realización de la invención a modo de ejemplo específico.

Ejemplo 1: Reacción de hidróxido de calcio con hielo seco en una mezcladora Hobart™.

Se añadieron partículas de hidróxido de calcio de 75 micras o menos 200 de malla a una mezcladora de harina Hobart™ con hielo seco que se había triturado previamente para reducir el tamaño de las partículas. Las partículas de hielo seco tienen un intervalo de tamaño de aproximadamente menos 1680 micras (12 de malla) a más 1000 micras (18 de malla) de tamaño. Se permitió que el hidróxido de calcio y el dióxido de carbono reaccionasen para producir un recubrimiento de carbonato sobre las partículas de hidróxido de calcio.

La tabla 1 indica el peso de material de partida de hidróxido de calcio como "peso de entrada" y el peso del producto como "peso de salida" para una serie de reacciones 1-8. El cambio en el peso del material de partida al producto se indica también como la diferencia en porcentaje. La diferencia de peso promedio del hidróxido de calcio de material de partida al producto a través de todas las reacciones fue del 2,08%. El material de partida de hidróxido de calcio se suministró por Sylvette in Putnam (Cameuse) que tenía un contenido de humedad de menos del 2,5%. Las reacciones

se dividieron en múltiples lotes debido al tamaño del recipiente de reacciones. Los lotes se indican en la tabla 2 a continuación, por ejemplo, la reacción 2 se llevó a cabo en dos lotes 2a y 2b.

Tabla 1:

Número de reacción	Peso de entrada (kg)	Peso de salida (kg)	Diferencia de peso (kg)	Ganancia o pérdida en tanto por ciento (%)	Verificación cruzada del peso
1	9,517	9,83	0,313	+2,28	9,83
2	9,682	9,9	0,218	+2,252	9,9
3	9,448	9,56	0,112	+1,12	9,56
4	8,935	9,12	0,185	+2,0	9,14
5	8,924	9,21	0,286	+3,0	9,14
6	10,036	10,24	0,204	+2,0	10,24
7	8,92	9,12	0,20	+2,0	9,12
8	8,91	9,12	0,20	+2	9,12

5

La tabla 2 indica el peso de Ca(OH)_2 y el peso de hielo seco usados en cada lote de cada reacción.

Tabla 2:

Número de reacción	Peso de Ca(OH)_2 (kg)	Peso de hielo seco en (kg)
2a	4,5	0,92
2b	3,8	0,76
3a	4,5	0,92
3b	3,6	0,7
4a	4,5	0,92
4b	3,3	0,66
5a	4,8	0,96
5b	3,0	0,90
6a	4,5	0,92
6b	5,36	1,107
7a	4,5	0,9
7b	3,3	0,66
8a	4,5	0,90
8b	3,3	0,66

10 Se ha encontrado que el hidróxido de calcio de 44 micras es de aproximadamente 18,1 kg (40 lb) por 28317 cm³ (cu ft). Basándose en el aumento de peso promedio del 2,08% medido para las reacciones listadas anteriormente, el peso promedio por 28317 cm³ (cu ft) del producto sería 18,521 kg (40,832 lb) por 28317 cm³ (cu ft).

$(2,08/100) \times 18,1 = 0,377$ kg de ganancia por 28317 cm³. $[(2,08/100) \times 40 = 0,832$ lb de ganancia por cu ft.]

15

Si la densidad aparente de CaCO_3 es de 19,96 kg (44 lb) por 28317 cm³ (cu ft.) a una densidad relativa de 2,7, entonces el Ca(OH)_2 tratado superficialmente a una densidad aparente de 18,521 kg (40,832 lb) por 28317 cm³ (cu ft) es de una densidad relativa de 2,505.

20 $(2,7/19,96) \times 18,521 = 2,505$ $[(2,7/44) \times 40,832 = 2,505]$ densidad relativa.

Este cálculo confirma que el recubrimiento de carbonato de calcio se ha convertido en aproximadamente la proporción deseada en el hidróxido de calcio.

25 En una realización de la invención, el material termoplástico o termoestable es uno o más de un polímero termoplástico o termoestable, un elastómero termoplástico o termoestable y un caucho termoplástico o termoestable.

En una realización adicional de la invención, la composición que comprende partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio preparada mediante el método descrito anteriormente como carga con un material termoplástico o termoestable puede comprender además uno o más de lubricantes, estabilizadores, antioxidantes,

30

plastificantes, pigmentos, colorantes, agentes antibloqueantes, agentes antiestáticos, retardadores de la llama, modificadores del impacto, agentes de acoplamiento, agentes humectantes, adyuvantes de procesamiento o agentes de refuerzo fibrosos.

REIVINDICACIONES

1.- Un método de preparación de partículas de hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) recubiertas con carbonato de calcio (CaCO_3) como producto de reacción que comprende:

introducir partículas de hidróxido de calcio en un recipiente de reacción;

hacer reaccionar las partículas de hidróxido de calcio con dióxido de carbono en forma de hielo seco introduciendo el hielo seco en el recipiente de reacción y permitiendo que el dióxido de carbono se mezcle conjuntamente con las partículas de hidróxido de calcio y reaccione para formar un recubrimiento de carbonato de calcio sobre las partículas de hidróxido de calcio;

en el que la proporción de las partículas de hidróxido de calcio con respecto a hielo seco se controla basándose en la medición de una densidad relativa del producto de reacción para proporcionar partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio que comprenden el 70-95% p/p de hidróxido de calcio y el 5-30% p/p de recubrimiento superficial de carbonato de calcio.

2.- El método según la reivindicación 1, en el que el mezclado conjunto de las partículas de hidróxido de calcio con el dióxido de carbono es mediante la sedimentación por gravedad de las partículas.

3.- El método según la reivindicación 1 o 2, en el que las partículas de hidróxido de calcio son de menos de 75 micras, particularmente 44 micras, y están en forma de un polvo.

4.- El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que la proporción del hielo seco con respecto a hidróxido de calcio es de 31,8 kg (70 lb) de hielo seco por 907,2 kg (ton) de hidróxido de calcio para un recubrimiento superficial de carbonato de calcio del 20% p/p.

5.- El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que el carbonato de calcio forma un recubrimiento regular sobre la superficie del hidróxido de calcio.

6.- El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que las partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio comprenden el 15-30% p/p de recubrimiento de carbonato de calcio, preferiblemente el 20% p/p de recubrimiento de carbonato de calcio.

7.- El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que el hielo seco está en forma de copos que tienen un intervalo de tamaño de las partículas aproximado de aproximadamente menos 1680 micras (12 de malla) a más 1000 micras (18 de malla).

8.- El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que en la reacción se lleva a cabo en lotes.

9.- El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que la reacción se lleva a cabo en un flujo continuo.

10.- El método según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que las partículas de hidróxido de calcio tienen un tamaño medio de partícula de 44 micras y tienen una distribución de tamaño que consiste en una población del 95% de partículas de 44 micras.

11.- Un aparato para preparar partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato de calcio que comprende:

un reactor;

una entrada para partículas de hidróxido de calcio;

una entrada para hielo seco;

un medidor de densidad para determinar una densidad relativa de un producto de reacción,

proporcionando la densidad relativa del producto de reacción una indicación del porcentaje de carbonatación superficial formada mediante la reacción del hielo seco e hidróxido de calcio; y

mediante el cual puede aumentarse o disminuirse la cantidad de hielo seco introducido en el sistema para proporcionar un producto que tiene una densidad relativa y un porcentaje de carbonatación superficial seleccionados.

12.- El aparato según la reivindicación 11, en el que el medidor de densidad está en comunicación con un ordenador que controla la entrada para $\text{Ca}(\text{OH})_2$ y la entrada para hielo seco para proporcionar una relación de hidróxido de

calcio con respecto a hielo seco en el recipiente de reacción para conseguir un producto que tiene una densidad relativa particular.

5 13.- El aparato según la reivindicación 11 o 12, que comprende además una salida para la retirada del producto de partículas de hidróxido de calcio recubiertas con carbonato.

14.- El aparato según una cualquiera de las reivindicaciones 11-13, en el que el Ca(OH)_2 y el hielo seco pueden añadirse al recipiente de reacción simultáneamente para permitir el mezclado por gravedad de los componentes de reacción.

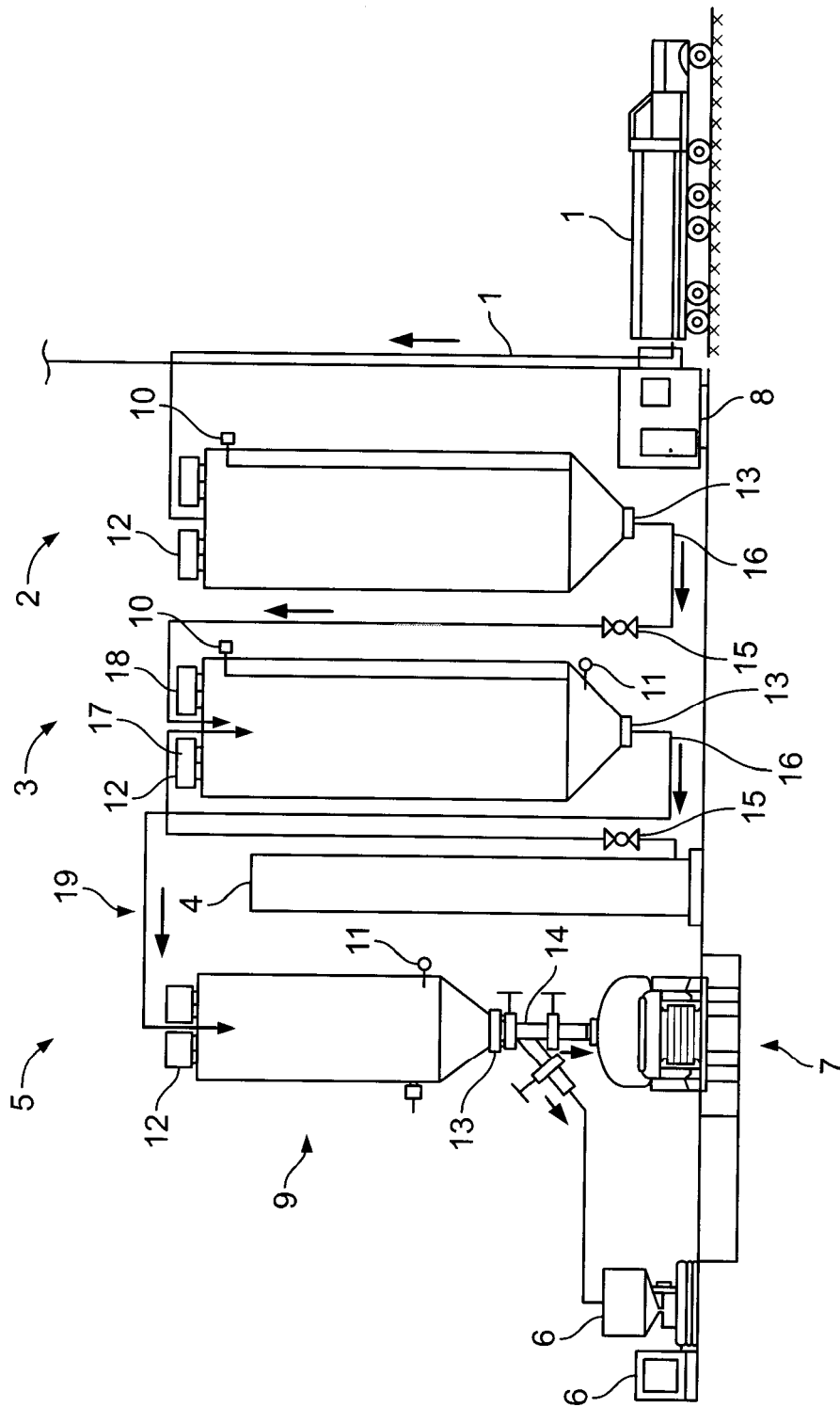


FIG. 1

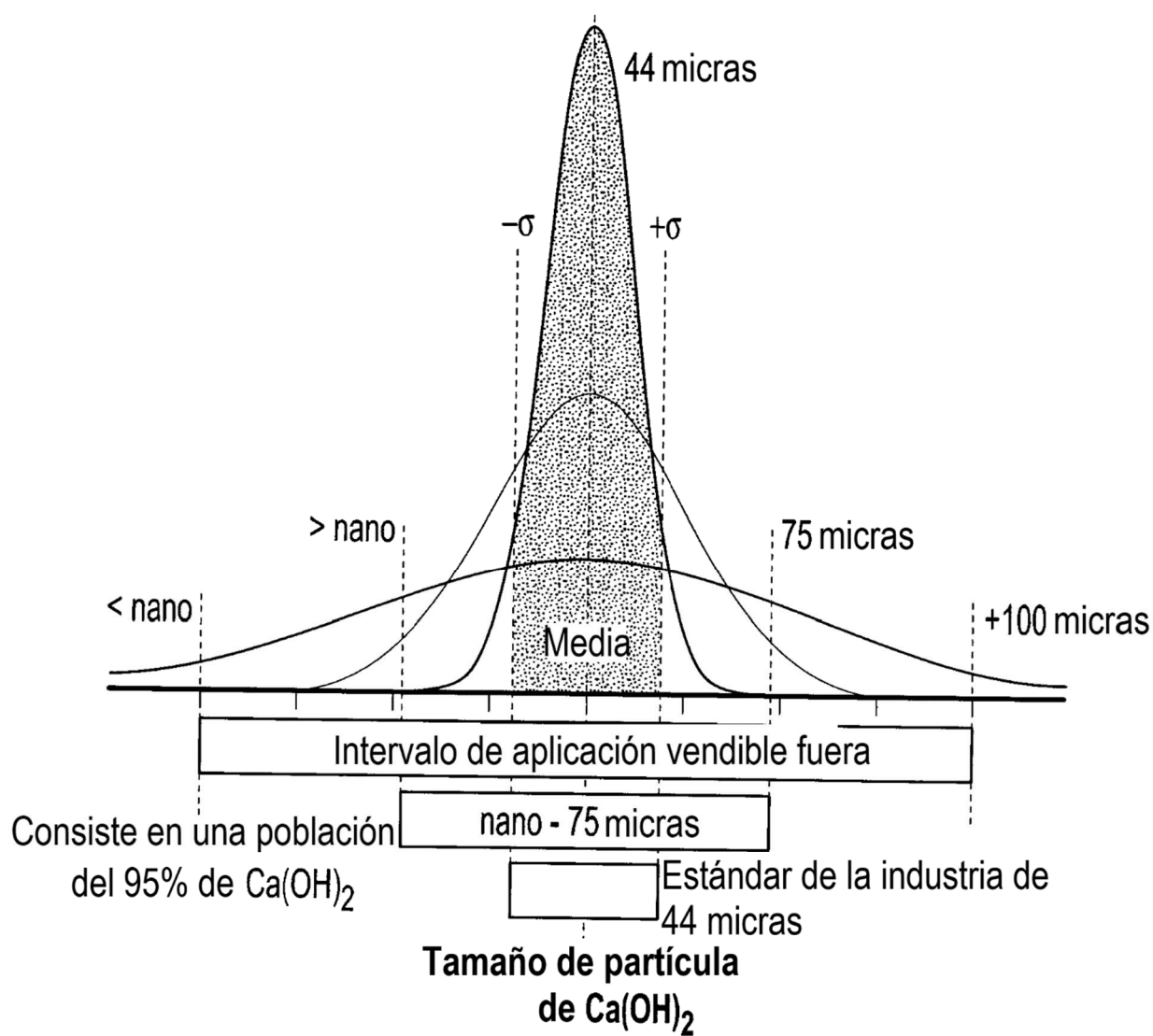


FIG. 2A

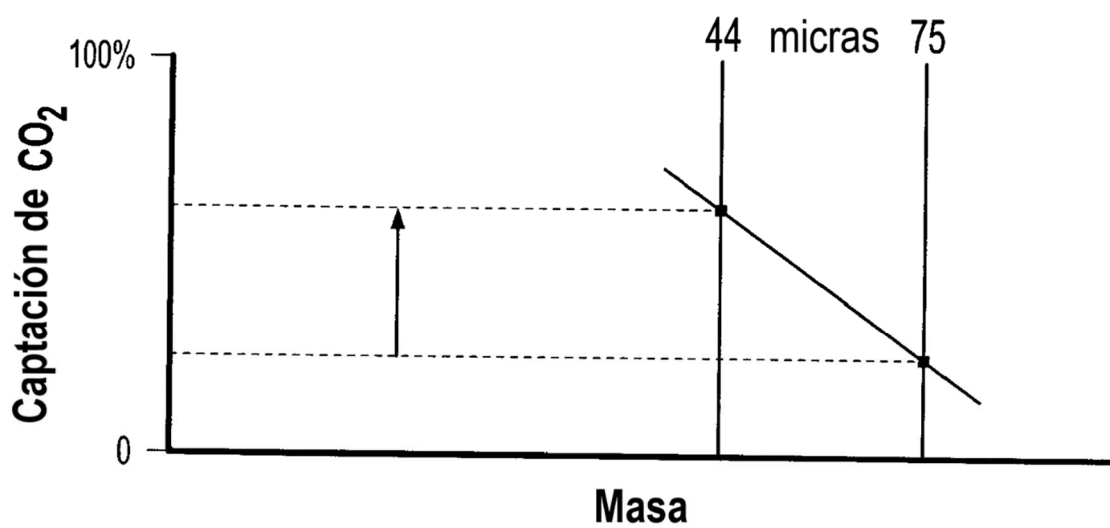


FIG. 2B

Tasa de flujo mezclado
conjuntamente

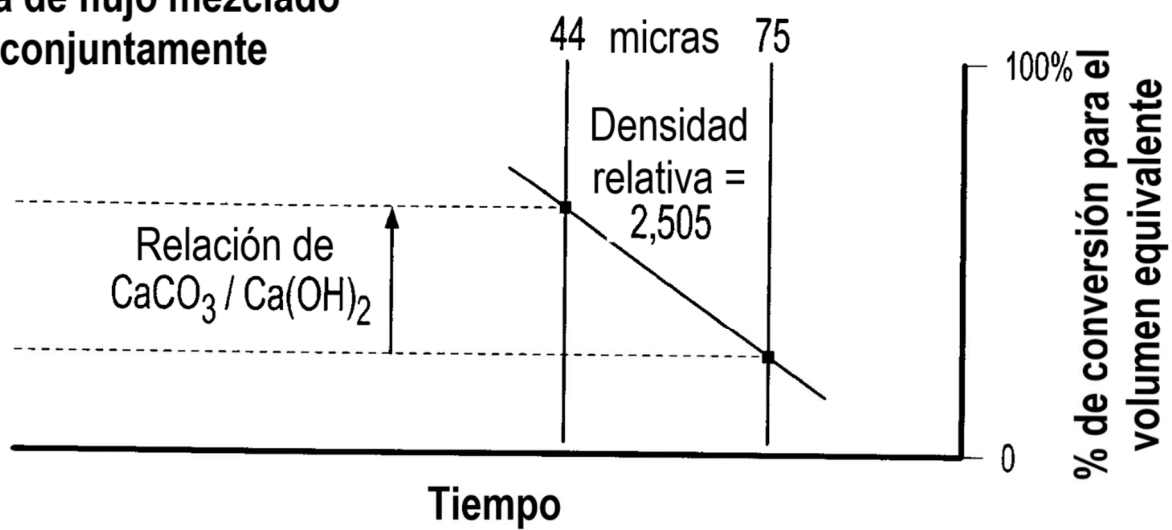


FIG. 3A

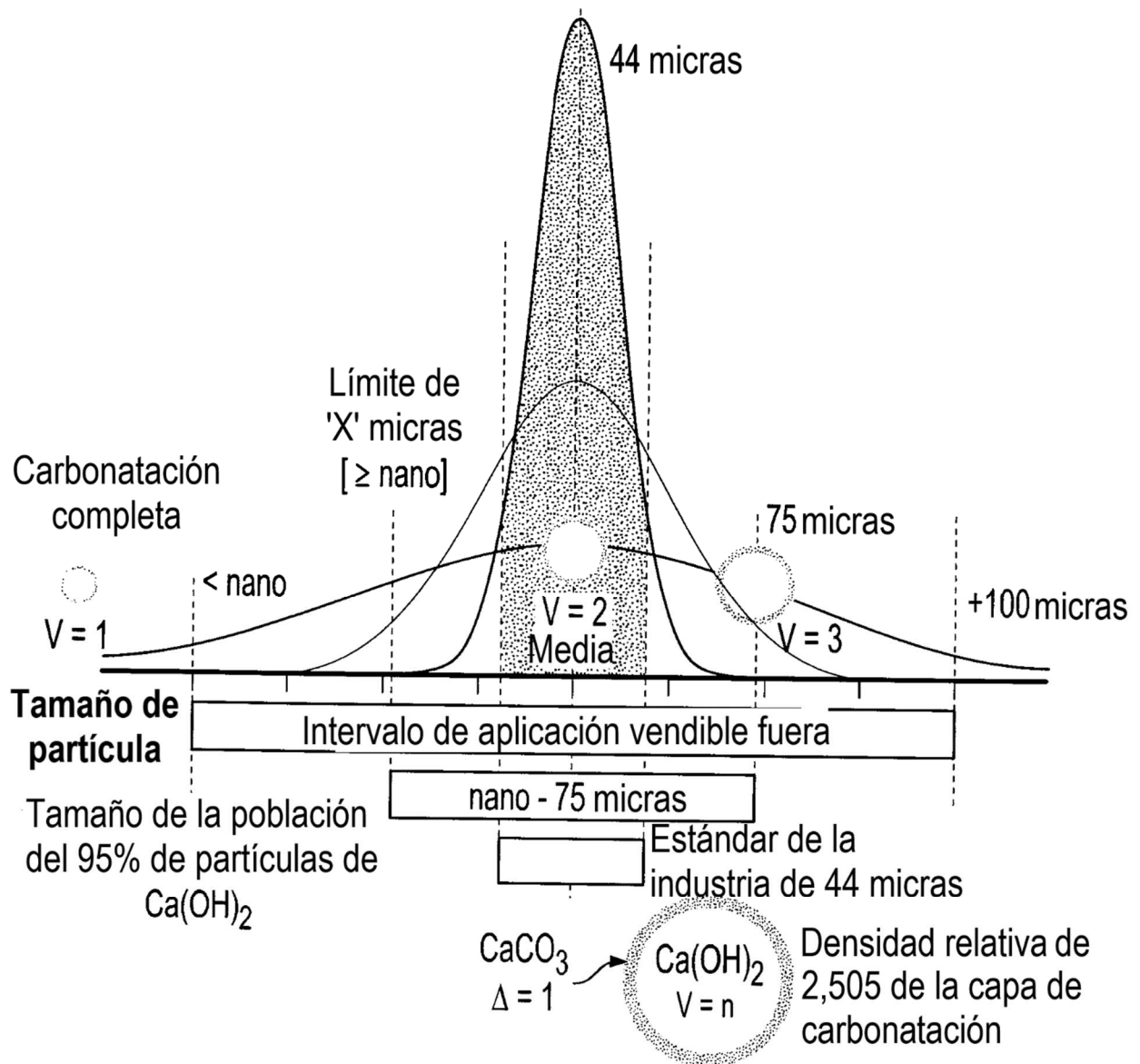


FIG. 3B