

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 429 589**

21 Número de solicitud: 201230725

51 Int. Cl.:

C01B 31/24 (2006.01)

C01F 11/18 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

11.05.2012

43 Fecha de publicación de la solicitud:

15.11.2013

Fecha de la concesión:

22.09.2014

45 Fecha de publicación de la concesión:

29.09.2014

73 Titular/es:

**FUNDACIÓN INVESTIGACIÓN E INNOVACIÓN
PARA EL DESARROLLO SOCIAL (100.0%)
Paseo de la Castellana, 141
28046 Madrid (Madrid) ES**

72 Inventor/es:

PORCAR ORTI, Javier

74 Agente/Representante:

PORCAR VIVES, Javier

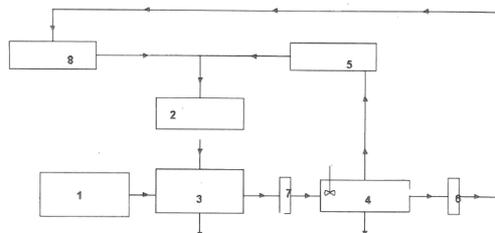
54 Título: **Proceso para la obtención de carbonato cálcico micronizado previa su conversión en bicarbonato cálcico**

57 Resumen:

Sometemos el carbonato cálcico a proceso de trituración (1).

Y en saturadora a disolución el dióxido de carbono en agua (2). El agua, con el ácido carbónico disuelto, pasa a un tanque de reacción (3) junto con el carbonato cálcico triturado. Y mediante agitación suave, se forma bicarbonato cálcico, que queda disuelto en el agua, se filtra (7) y pasa a otro depósito de reacción (4), y se desprende dióxido de carbono, que llevamos a depósito de almacenamiento (5). El bicarbonato cálcico que estaba en la disolución, al desprenderse el dióxido de carbono, precipita en forma de carbonato cálcico de alta pureza y mínima granulometría en este depósito (4). El agua, es recogida y previa filtración (6) la recirculamos (8) a la saturadora para reiniciar el proceso. El mismo modo, el dióxido de carbono, almacenado (5), se recircula para reutilizarlo.

FIGURA UNO



ES 2 429 589 B1

DESCRIPCIÓN

**PROCESO PARA LA OBTENCION DE CARBONATO
CÁLCICO MICRONIZADO PREVIA SU CONVERSION EN
BICARBONATO CÁLCICO**

La presente invención se refiere a la reutilización de los
5 residuos de carbonato cálcico, para su conversión en
Carbonato cálcico micronizado, previa su transformación en
bicarbonato cálcico. La reutilización del carbonato cálcico
producto de las canteras de mármol, así como de la industria
de transformación y elaboración de dicho material, es un
10 elemento fundamental en la revalorización de los residuos
que permiten abastecer a un mercado en incremento
constante, eliminando las tensiones de la demanda en la
apertura de nuevas canteras, que lleva consigo un enorme
impacto ambiental. En el marco del tratado de Lisboa, las
15 prioridades de reciclar y reutilizar, tienen un marcado interés
en un componente tan demandado por sus múltiples
aplicaciones como es el carbonato cálcico. El presente
proceso supone un avance cualitativo en los procesos
conocidos hasta ahora, dado que permite reutilizar los
20 residuos de carbonato cálcico y revalorizar los vertederos de
dicho material al reciclar el carbonato cálcico en carbonato
cálcico de máxima pureza y micronizado, para atender las
demandas del mercado de dicho material, con especial
interés para la cosmética, por su alto grado de pureza y
25 tamaño de partículas.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

La reutilización de los residuos de carbonato cálcico ha sido a lo largo del tiempo una necesidad, para atender a las industrias cementeras, papeleras y para el consumo animal, así como para abastecer a la industria de la materia prima necesaria de nuevos materiales cuya base es el carbonato cálcico. Son conocidos los numerosos procesos tecnológicos que se han buscado para reutilizar los residuos de los vertidos de carbonato cálcico, siendo fundamentalmente la separación de componentes contaminantes y la trituración y molienda de dichos residuos. Los procesos fundamentalmente empleados consisten en el lavado previo y separación de las sustancias contaminantes, como arcillas, materia orgánica, pizarras, que se encuentran unidas al carbonato cálcico. Para evitar los efectos contaminantes, en los actuales vertidos se clasifican por la calidad de la materia vertida, a los efectos de intentar disminuir el grado de contaminación. Una vez eliminada en lo posible la contaminación inherente a los vertidos de carbonato cálcico, en la siguiente fase se procede a la trituración ó molienda para obtener carbonato cálcico de diferentes partículas ó granulometría.

Asimismo hemos de destacar que la tecnología actual, se ha mejorado de manera importante los procesos de trituración, debido a los procesos de vacío que captan las partículas de

menor granulometría y se obtiene un producto final micronizado de buena calidad. Estos procesos suponen un alto coste energético y costes del material abrasivo para obtener la trituración deseada y sin poder eliminar de manera eficaz la contaminación con otros residuos procedentes de la unión entre el carbonato cálcico y otros materiales, como sílice y areniscas, procedente de los vertidos.

Para evitar los inconvenientes de estas tecnologías, el titular de la presente invención, ha desarrollado un proceso de descomposición del carbonato cálcico en bicarbonato cálcico, que partiendo de un proceso físico químico, disuelve el carbonato cálcico, que no es soluble en agua, en bicarbonato cálcico, que es soluble, para con posterioridad, volver a obtener carbonato cálcico de máxima pureza y micronizado en mínimas partículas. Estas características, son el objeto de la presente invención.

DESCRIPCION DE LA INVENCION

Mediante una saturadora ó bien en una torre de platos ó depósito de reacción, introducimos agua, que previamente hemos filtrado. En la saturadora ó torre de platos, añadimos anhídrido carbónico (CO_2) en forma de gas. El CO_2 se diluye en el agua formando el ion carbónico (HCO_3^-). El agua carbonatada con los iones de ácido carbónico, lo introducimos en un depósito de reacción donde previamente hemos introducido carbonato cálcico. La reacción con los

iones disueltos que contiene el agua carbonatada, y el carbonato cálcico, mediante una ligera agitación hasta producir una emulsión, reaccionan formando bicarbonato cálcico (CaHCO_3), que es soluble en el agua y queda en suspensión. El exceso de carbonato cálcico que no haya reaccionado para formar bicarbonato cálcico, precipitará en el fondo del depósito de reacción, al finalizar la etapa de agitación lenta.

Por la parte superior del depósito de reacción, se extrae el agua con el bicarbonato cálcico disuelto para llevar a otro depósito de reacción. El agua con el bicarbonato cálcico disuelto se somete a un proceso de agitación a mil quinientas rpm, y a un proceso de vacío, para conseguir eliminar el dióxido de carbono de la disolución, que se extrae en forma de gas, para llevar a un depósito para su almacenamiento y posterior reutilización. El bicarbonato cálcico, soluble en el agua, al desprenderse el dióxido de carbono, se transforma de nuevo en carbonato cálcico, que al no ser soluble, precipita en la parte inferior del depósito.

El carbonato cálcico así obtenido tiene la máxima pureza pues procede la precipitación del bicarbonato cálcico, y la mínima granulometría, al tanto que se obtiene de las partículas disueltas como bicarbonato cálcico.

El dióxido de carbono, recogido en el depósito de almacenamiento se reutiliza introduciéndolo de nuevo en la

saturadora ó torre de platos para iniciar de nuevo el proceso. El proceso permite la obtención de carbonato cálcico de alta pureza y mínima granulometría recuperando el anhídrido carbónico, que es el reactivo necesario para transformar el carbonato cálcico insoluble, en bicarbonato cálcico que es soluble y cuya precipitación posterior permite obtener de nuevo carbonato cálcico.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

En la Figura nº 1, se representa de forma grafica, el conjunto de elementos que forman la instalación de este nuevo **PROCESO PARA LA OBTENCION DE CARBONATO CÁLCICO MICRONIZADO PREVIA SU CONVERSION EN BICARBONATO CÁLCICO** y donde (1), representa la trituradora donde se somete el carbonato cálcico a un proceso de trituración y (2), la saturadora o torre de platos, en la cual introducimos agua (8), que previamente hemos filtrado. En la saturadora (2) ó torre de platos, añadimos anhídrido carbónico (CO₂) en forma de gas. El CO₂ se diluye en el agua formando el ion carbónico (HCO₃⁻).

El carbonato cálcico, previamente triturado y el agua carbonatada con los iones de ácido carbónico, lo introducimos en un depósito de reacción (3). La reacción con los iones disueltos que contiene el agua carbonatada, y el carbonato cálcico, se somete a una ligera agitación hasta producir una emulsión, reaccionan formando bicarbonato

cálcico (CaHCO_3), que es soluble en el agua y queda en suspensión. El carbonato cálcico que no haya reaccionado para formar bicarbonato cálcico, precipitará en el fondo del depósito de reacción, al finalizar la etapa de agitación lenta.

- 5 Del depósito de reacción (3), se filtra el agua (7) con el bicarbonato cálcico disuelto para llevar a otro depósito de reacción (4). El agua con el bicarbonato cálcico disuelto se somete a un proceso de agitación a mil quinientas rpm, y aun proceso de vacío, para conseguir eliminar el dióxido de
- 10 carbono de la disolución, que se extrae en forma de gas, para llevar a un depósito (5) para su almacenamiento y posterior reutilización. Al desprenderse el dióxido de carbono, se consigue de nuevo carbonato cálcico, que al no ser soluble, precipita en la parte inferior del depósito (4).
- 15 El dióxido de carbono, recogido en el depósito de almacenamiento (5) se reutiliza introduciéndolo de nuevo en la saturadora ó torre de platos para iniciar de nuevo el proceso.

El agua que queda después de la precipitación, es recogida y

20 previa filtración (6) la recirculamos a la saturadora ó torre de platos para reiniciar el proceso.

DESCRIPCION DE LA FORMA PREFERIDA DE REALIZAR **LA INVENCION**

La obtención del carbonato calcio micronizado de alta

25 pureza, tiene varias fases definidas, en procesos sucesivos y

recuperando el reactivo que es el dióxido de carbono. En la primera el carbonato cálcico se somete a un proceso de trituración (1). En una segunda fase se procede a una disolución del dióxido de carbono en agua (8), mediante una saturadora ó torre platos (2). En dicha disolución el dióxido de carbono, se transforma en ácido carbónico que queda en la disolución. El agua, con el ácido carbónico disuelto, pasa a un tanque de reacción (3). El carbonato cálcico, ya triturado, se introduce en el depósito de reacción (3) donde se encuentra el agua con el ácido carbónico, para que mediante una agitación suave, se forme bicarbonato cálcico, que al ser soluble queda disuelto en el agua. El carbonato cálcico que no reaccione con el ion carbónico y dado que el carbonato cálcico no es soluble en agua, precipitará en este depósito. El bicarbonato calcio, que está en disolución, se filtra (7) y pasa a otro depósito de reacción (4), donde mediante una agitación de mil quinientas rpm y aplicando vacío, se desprende el dióxido de carbono, que llevamos a un depósito de almacenamiento (5). El bicarbonato cálcico que estaba en la disolución, al desprenderse el dióxido de carbono, precipita en forma de carbonato cálcico de alta pureza y mínima granulometría en este depósito (4). El agua que queda después de la precipitación, es recogida y previa filtración (6) la recirculamos a la saturadora ó torre de platos para reiniciar el proceso. Del mismo modo, el dióxido de

carbono, se recircula para reutilizarlo, desde el tanque de almacenamiento (5) a la saturadora ó torre de platos.

Las características fundamentales son que a través de la disolución del carbonato cálcico con agua carbónica, obtenemos bicarbonato cálcico, que al ser soluble en agua, cuando se produce la descarbonatación del agua, precipita en forma de carbonato cálcico, lo que permite conseguir un grado de pureza y de mínima granulometría, de difícil consecución mediante otros procesos.

10 El proceso sería inviable económicamente, si no se reciclaran los elementos que intervienen en el proceso, como son el dióxido de carbono y el agua. Por ello, se reciclan los productos empleados en la fase inicial del proceso.

Las ventajas del proceso son indudables, porque evita la separación previa de los contaminantes, porque solo reacciona con el ácido carbónico disuelto en agua, el carbonato cálcico, quedando el resto de materia contaminante en el material precipitado. Asimismo, supone un ahorro importante de energía en la fase de trituración y molienda tradicional de las tecnologías actuales.

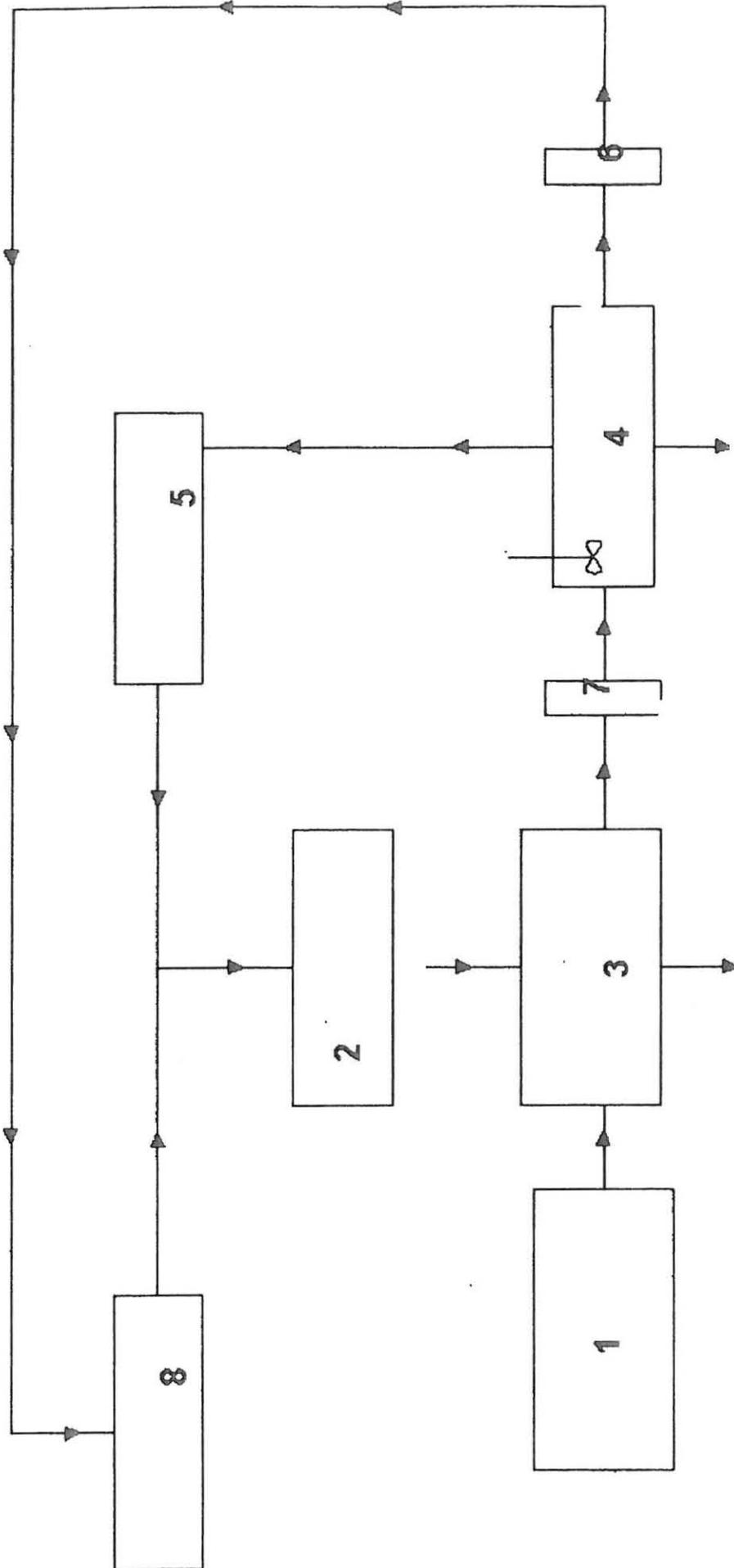
20 Son independientes del objeto de la invención, los materiales empleados en los depósitos de reacción y los componentes necesarios para el transporte de fluidos, así como las formas y dimensiones y detalles accesorios, siempre que no afecten a la esencialidad.

25

REIVINDICACIONES

1.- PROCESO PARA LA OBTENCION DE CARBONATO CÁLCICO MICRONIZADO PREVIA SU CONVERSION EN BICARBONATO CÁLCICO, consistente en la disolución del dióxido de carbono en agua, para en su reacción formar ácido carbónico diluido. El ácido carbónico diluido se hace reaccionar con carbonato cálcico, previamente triturado, para que reaccione formando bicarbonato cálcico, que es soluble en agua. El agua con el bicarbonato cálcico en disolución se le somete a un proceso de agitación vigorosa y de vacío, para extraer el dióxido de carbono, que se recicla. El bicarbonato cálcico en disolución, al serle extraído el dióxido de carbono, se transforma en carbonato cálcico, que al no ser soluble en agua, precipita en el deposito de reacción. El carbonato cálcico obtenido de la descarbonatación del bicarbonato cálcico, tiene la máxima pureza y mínima granulometría.

FIGURA UNO





②① N.º solicitud: 201230725

②② Fecha de presentación de la solicitud: 11.05.2012

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤① Int. Cl.: **C01B31/24** (2006.01)
C01F11/18 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	US 4272498 A (FOSTER WHEELER ENERGY CORP) 09.06.1981, columna 1, líneas 30-54; columna 2, líneas 36-45; columna 2, línea 60 – columna 3 línea 11; columna 4, líneas 10-16; reivindicación 1; figura 2; resumen.	1
X	AT 402067B B (HOLDERBANK FINANC GLARUS) 15.06.1996, página 3, líneas 15-41, reivindicación 1; resumen.	1
X	JP S6227325 A (YHASHI KOGYO KK) 05.02.1987, resumen [en línea] recuperado de EPODOC/EPO y WPI/DERWENT.	1
A	US 2011248419 A1 (FILALI MAUSSA) 13.10.2011, párrafos [22-33],[46-52],[112-118]; reivindicación 11.	1
A	WO 9221613 A1 (PFIZER) 10.12.1992, página 3, líneas 3-24; reivindicaciones 1,5-7; resumen.	1
A	WO 0010691 A1 (US ENERGY) 02.03.2000, página 4, líneas 1-32; página 6, línea 34 – página 9, línea 12; reivindicaciones 1,10; resumen.	1
A	EP 0328712 A1 (YABASHI IND CO LTD) 23.08.1989, columna 2, líneas 4-15; ejemplo 1; reivindicación 1; resumen.	1

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
29.08.2013

Examinador
M. González Rodríguez

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C01B, C01F

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, NPL, XPESP, COMPENDEX, INSPEC.

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 29.08.2013

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	US 4272498 A (FOSTER WHEELER ENERGY CORP)	09.06.1981
D02	AT 402067B B (HOLDERBANK FINANC GLARUS)	15.06.1996
D03	JP S6227325 A (YAHASHI KOGYO KK)	05.02.1987

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un procedimiento para la obtención de carbonato cálcico micronizado que consiste en la reacción de carbonato cálcico triturado con ácido carbónico diluido para formar bicarbonato cálcico, y la posterior obtención de carbonato cálcico puro a partir del bicarbonato cálcico anterior mediante un proceso de agitación y vacío donde se elimina el dióxido de carbono.

El documento D01 se considera el más próximo del estado de la técnica al objeto de la invención y divulga un procedimiento de obtención de polvo fino de carbonato de calcio a partir de partículas de carbonato de calcio o directamente de piedra caliza, que consta de un primera etapa de reacción de carbonato de calcio triturado con agua y dióxido de carbono para obtener bicarbonato de calcio, y una segunda etapa de reducción de la presión de la solución de bicarbonato de calcio en la que se elimina el dióxido de carbono -que se recicla a la primera etapa- y precipitación del carbonato de calcio en forma de polvo fino (Ver Resumen, columna 1, líneas 30-54; columna 2, líneas 36-45; columna 2, línea 60 - columna 3, línea 11; columna 4, líneas 10-16; figura 2, reivindicación 1).

En consecuencia, el objeto de la invención recogido en la reivindicación 1 ha sido divulgado idénticamente en el documento D01 y carece de novedad (Art. 6.1 LP)

El documento D02 divulga un procedimiento de purificación de restos de piedra caliza basado en la disolución de la piedra en agua fría seguida de la inyección de dióxido de carbono para formar bicarbonato de calcio, y la posterior precipitación química o térmica del carbonato de calcio a partir del bicarbonato (Ver resumen, página 3, líneas 15-41, reivindicación 1).

El documento D03 divulga un procedimiento de obtención de carbonato de calcio consistente en la obtención de bicarbonato de calcio por reacción de piedra caliza diluida en agua con ácido carbónico, y la precipitación térmica del bicarbonato cálcico obtenido en forma de carbonato cálcico micrométrico. (Ver resúmenes WPI y EPODOC).

De este modo, los procedimientos de obtención de carbonato de calcio divulgados en D02 y D03 sólo se diferencian del procedimiento reivindicado en la solicitud en que la etapa de precipitación del carbonato de calcio a partir de bicarbonato se hace mediante la aplicación de vacío en la solicitud y mediante calentamiento en D02 y D03. Llevar a cabo la precipitación mediante vacío es simplemente una de varias posibilidades evidentes que un experto en la materia seleccionaría según las circunstancias y sin el ejercicio de actividad inventiva, y en consecuencia, la reivindicación 1 no cumple con el requisito de actividad inventiva a la luz de lo divulgado en D02 ó D03 considerados de forma independiente (Art. 8.1 LP).