

**Composición de nitrato de calcio particulado que comprende un silicato
sólido particulado como agente antiapelmazante**

Campo técnico

5

La invención se refiere al campo técnico de los agentes antiapelmazantes (también denominados "agentes de flujo libre") para composiciones sólidas de nitrato de calcio particulado, que tienen partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 y 1,5 mm, más específicamente entre 0,08 y 1 mm y mucho
10 más específicamente entre 0,1 y 1 mm (también llamado "polvo de nitrato de calcio"). Un tamaño promedio de partícula significa que al menos el 50% de las partículas tienen ese tamaño. Un agente antiapelmazante en general es un aditivo colocado en materiales en polvo o granulados para evitar la formación de grumos (aglomeración) y para facilitar el envasado, el transporte y el consumo.

15

La invención se refiere más específicamente a agentes antiapelmazantes que previenen la formación de grumos causados por las propiedades higroscópicas de los polvos de nitrato de calcio descritos anteriormente.

20 **Antecedentes**

El nitrato de calcio $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ en sí mismo, así como en una mezcla con cantidades de otros compuestos, se ha utilizado en la industria del concreto como un acelerador de fraguado para acelerar el tiempo de fraguado de los aglomerantes
25 cementosos, especialmente en condiciones de clima frío. El término "cementoso" significa que tiene las características del cemento. El cemento es un material de construcción que es un polvo hecho de una mezcla de caliza calcinada y arcilla. Se puede usar con agua y un agregado, mortero y concreto.

Sin embargo, el polvo de nitrato de calcio todavía se usa raramente debido a su naturaleza higroscópica, lo que hace que el polvo de nitrato de calcio forme grumos y comience a fijar los aglomerantes cementosos durante el almacenamiento. Los conjuntos de concreto o mortero como el cemento incluido en ellos se hidrata. También el polvo de nitrato de calcio con partículas muy finas, i.e., con un tamaño promedio de partícula de alrededor de 0,1 mm, es un polvo muy higroscópico y tiene una alta tendencia de aglomeración a 20°C y 1 bar (= 101 325 Pascal) de presión atmosférica (condiciones estándar).

Es común usar un agente antiapelmazante para evitar la formación de grumos de materiales higroscópicos. El objetivo principal es proporcionar un agente que pueda prevenir la absorción de agua y la coagulación de las estructuras cristalinas hidratadas. Los agentes antiapelmazantes clásicos son, entre otros, polvos de talco y carbonato de calcio. El polvo de carbonato de calcio solamente muestra un efecto positivo en un nivel de reemplazo de nitrato de calcio de al menos 10% en peso, lo que significa que el contenido pretendido de material activo de aproximadamente 99% en peso de nitrato de calcio (en el caso del nitrato de calcio anhidro) no se puede alcanzar. El polvo de talco, que es silicato de magnesio hidratado, no es un material favorable para usar como agente antiapelmazante para el nitrato de calcio, ya que el magnesio es un compuesto no deseado en las mezclas de concreto.

Varios documentos del arte anterior ya describen la búsqueda de soluciones para tratar la higroscopicidad del nitrato de calcio.

En el documento EP 0255665, por ejemplo, se describe un recubrimiento para reducir la formación de polvo y la higroscopicidad de fertilizantes que contienen nitrato. En este documento, se describe aplicar 0,1-0,5% en peso de un

recubrimiento que comprende cera y aceite mineral para reducir la higroscopicidad del fertilizante acondicionado que contiene nitrato, especialmente nitrato de calcio. Tal revestimiento, sin embargo, no se puede aplicar como un agente antiapelmazante para polvo de nitrato de calcio.

5

El documento WO 2006/041502 da a conocer una composición de cemento de premezcla de polvo seco que comprende nitrato de calcio, humo de sílice y cemento. El polvo seco se obtiene al no usar más de aproximadamente 5 por ciento en peso de nitrato de calcio en el cemento premezclado. El solicitante describe que usar más de aproximadamente 5 por ciento en peso producirá una mezcla indeseable debido a problemas de absorción de agua con el nitrato de calcio. Por lo tanto, es crítico que la concentración de nitrato de calcio en la composición de premezcla se mantenga en menos de aproximadamente 5 por ciento en peso. El humo de sílice se puede agregar a la mezcla de cemento para lograr una alta resistencia y protección del cloruro para el concreto, esto en un porcentaje preferido del 5 al 15 por ciento en peso. Esta aplicación describe así una solución para evitar la aglomeración de la composición de cemento de premezcla final, pero no revela la necesidad de proporcionar en un agente antiapelmazante polvos de nitrato de calcio para usar en dicha composición de cemento de premezcla, resolviendo el problema de la formación de grumos en polvos de nitrato de calcio debido a la higroscopicidad de los mismos, estos grumos impiden una distribución uniforme del polvo de nitrato de calcio en una mezcla cementosa de premezcla final.

Está claro que actualmente no se ha encontrado ni sugerido ninguna solución para proporcionar un agente antiapelmazante de polvos de nitrato de calcio que produzca un polvo de nitrato de calcio de "flujo libre", lo que significa que el polvo de nitrato de calcio está suelto y no pegajoso en condiciones estándar. En el

ejemplo 6 a continuación se proporciona más información sobre diferentes métodos de prueba de fluidez que se utilizan para determinar si un polvo es "de flujo libre" o no.

5 Resumen de la invención

De acuerdo con un primer aspecto de la invención, se proporciona una composición sólida de nitrato de calcio particulado, que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 y 1 mm, y que comprende un agente
10 antiapelmazante, en el que el agente antiapelmazante consiste en un silicato sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 y 750 μm (también llamado 'polvo de sílice').

Según una implementación particular, se proporciona la composición sólida de
15 nitrato de calcio particulado como se describe aquí que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 y 1 mm y que comprende un agente antiapelmazante, en el que el agente antiapelmazante consiste en un silicato sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 y 750 μm y en el que el silicato sólido particulado está presente en una
20 cantidad de 0,01% en peso a 2% en peso.

Los silicatos sólidos particulados se usan típicamente como un vehículo para catalizadores. No es común usar estos como agentes antiapelmazantes ya que no son solubles en agua. Su adición a un producto conduce a una cantidad sustancial
25 de materia insoluble en agua. Esto excluye los silicatos sólidos particulados como agentes antiapelmazantes para productos en polvo que necesitan usarse posteriormente en una forma disuelta. A pesar de este hecho, el solicitante ha descubierto sorprendentemente que los silicatos sólidos particulados que tienen

partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 y 750 μm son adecuados como un agente antiapelmazante para una composición sólida de nitrato de calcio particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 y 1 mm. La presencia de tales silicatos sólidos particulados en tales composiciones sólidas de nitrato de calcio particulado tiene además la ventaja que los silicatos sólidos particulados no interfieren en el uso final de las composiciones sólidas de nitrato de calcio particulado o las etapas intermedias de procesamiento de las mismas. De hecho, el uso de la composición sólida de nitrato de calcio particulado como se describe aquí que comprende silicato (o compuestos tales como dióxido de silicio, humo de sílice o tierra de diatomeas) como agente antiapelmazante, no afecta la resistencia del concreto resultante vis-a-vis un nitrato de calcio sin silicato como agente antiapelmazante.

Esta composición sólida de nitrato de calcio particulado es un polvo que fluye libremente en condiciones estándar, es decir, a una temperatura de 20°C y una presión de 101 325 Pascal. Un polvo fluye libremente si las partículas del polvo no se adhieren entre sí a una cierta presión y cierta temperatura y no se adhiere a una pieza específica del equipo. En el ejemplo 6, se describen dos métodos de prueba para determinar la fluidez de un polvo. En una primera implementación posible de una composición sólida de nitrato de calcio particulado de acuerdo con la invención, la composición sólida de nitrato de calcio particulado comprende, además, nitrato de calcio anhidro sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 y 1 mm. El nitrato de calcio anhidro sólido particulado preferiblemente consiste en alrededor de 99% en peso de nitrato de calcio y alrededor de 1% en peso de agua cristalina.

En una segunda implementación posible de una composición sólida de nitrato particulado de acuerdo con la invención, la composición sólida de nitrato de calcio

particulado comprende además un nitrato de potasio calcio sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 mm y 1 mm. La composición sólida de nitrato de potasio calcio en partículas consiste preferiblemente en alrededor de 77% en peso de nitrato de calcio, 5 aproximadamente 8% en peso de nitrato de potasio y aproximadamente 15% en peso de agua cristalina.

En una tercera implementación posible de una composición sólida de nitrato particulado de acuerdo con la invención, la composición sólida de nitrato de calcio 10 particulado comprende además un nitrato de amonio calcio sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 mm y 1 mm. La composición de nitrato de amonio calcio sólido en partículas consiste preferiblemente en alrededor de 76% en peso de nitrato de calcio, aproximadamente 9% en peso de nitrato de amonio y aproximadamente 15% en 15 peso de agua cristalina.

La ventaja de tener nitrato de potasio o de amonio y calcio en la composición sólida de nitrato de calcio particulado es que tales composiciones se pueden usar en fertilizantes. La composición fertilizante se puede ajustar a las necesidades de 20 un cierto cultivo o campo variando las cantidades de nitrato de amonio y/o nitrato de potasio en la composición. Además, cuando se va a utilizar una composición sólida de nitrato de calcio particulado como fertilizante, la composición necesita fluir libremente para evitar el bloqueo de las máquinas utilizadas para manipular la composición y para dar lugar a una dispersión uniforme del fertilizante sobre el 25 campo.

Cuando se usa un agente antiapelmazante que tiene un tamaño promedio de partícula entre 0,05 y 750 μm , el agente antiapelmazante tiene una relación

superficie/volumen suficientemente grande, produciendo pequeñas cantidades de agente antiapelmazante de manera eficiente para mantener el flujo libre del nitrato de calcio sólido particulado, lo que significa flujo libre después de haber estado expuesto al aire con una humedad relativa de 77% durante 24 horas a 20°C. Las

5 partículas más pequeñas, que el límite inferior del rango, son demasiado finas y causan polvo al manipular la composición sólido particulado de flujo libre (polvo).

En una implementación preferida de una composición sólida de nitrato de calcio particulado de acuerdo con la invención, el nitrato de calcio anhidro sólido

10 particulado, el nitrato de potasio calcio sólido particulado o el nitrato de amonio calcio sólido particulado y el silicato sólido particulado tiene un tamaño promedio de partícula similar. Esto evita la segregación de la composición sólida de nitrato de calcio particulado.

15 El silicato sólido particulado está presente preferiblemente en una cantidad de 0,01% en peso a 5,00% en peso, más preferiblemente 0,05% en peso a 2,00% en peso, y lo más preferido 0,1% en peso a 1% en peso, y típicamente 1% en peso del contenido en peso de la composición sólida de nitrato de calcio particulado. En otras palabras, 0,01% en peso a 5,00% en peso, más preferiblemente 0,05% en

20 peso a 2,00% en peso, y lo más preferido 0,1% en peso a 1% en peso, y típicamente 1% en peso de la composición de nitrato de calcio se reemplaza por el agente antiapelmazante.

Estas cantidades de agentes antiapelmazantes permiten producir un polvo de

25 nitrato de calcio sólido particulado con una pureza muy alta, i.e., del 99,99% en peso al 95,00% en peso, más preferiblemente del 99,95% en peso al 98,00% en peso y lo más preferido del 99,90% en peso al 99%, y típicamente de 99,00% en peso, eso es, y sigue fluyendo libremente.

El término "silicato" tal como se usa en el presente documento se refiere a un compuesto que comprende átomos o iones de silicio y oxígeno, compuestos tales como dióxido de silicio, humo de sílice o tierra de diatomeas.

- 5 En una implementación ventajosa de una composición sólida de nitrato de calcio particulado de acuerdo con la invención, el silicato sólido particulado es un dióxido de silicio sólido particulado.

Más ventajoso, el silicato sólido particulado es un dióxido de silicio sólido
10 particulado amorfo.

La ventaja que el dióxido de silicio sólido particulado sea amorfo es que se puede mezclar a través del nitrato de calcio sólido particulado y las partículas del dióxido de silicio sólido particulado se pueden distribuir homogéneamente a través de las
15 partículas del nitrato de calcio sólido particulado. Cuando se usa un producto con partículas más grandes, por ejemplo, un gel de sílice, se deben usar cantidades mayores de los productos para obtener un resultado similar al del dióxido de silicio sólido particulado amorfo.

20 Lo más ventajoso es que el dióxido de silicio sólido particulado amorfo consiste en un humo de sílice, una tierra de diatomeas o mezclas de éstos.

El humo de sílice, también conocido como microsilíce (número CAS 69012-64-2, número EINECS 273-761-1) es un polimorfo (no cristalino) de dióxido de silicio. Es
25 un polvo ultrafino recogido como un subproducto de la producción de aleación de silicio y ferrosilicio y consiste en partículas esféricas con un diámetro promedio de partícula de 100 nm a 300 nm y típicamente 150 nm. El principal campo de aplicación es como material puzolánico para concreto de alto rendimiento.

La tierra de diatomeas, también conocida como D.E., diatomita o kieselgur/kieselguhr, es una roca sedimentaria blanda, silíceas, de origen natural que se desmenuza fácilmente en un polvo fino blanco a blanquecino. Tiene un tamaño de partícula que varía desde menos de 3 μm hasta más de 1 mm, pero típicamente de 10 μm a 200 μm . Dependiendo de la granularidad, este polvo puede tener una sensación abrasiva, similar al polvo de piedra pómez, y tiene una baja densidad como resultado de su alta porosidad. La composición química típica de tierra de diatomeas secada al horno es 80% a 90% en peso de sílice, con 2% en peso a 4% en peso de alúmina (atribuido principalmente a minerales arcillosos) y 0,5% en peso a 2% en peso de óxido de hierro. Este tipo de dióxido de silicio sólido particulado se compone de pequeñas partículas con una gran relación superficie a volumen. Como es la superficie del agente antiapelmazante la que causa las propiedades antiapelmazantes, cuanto mayor es la relación superficie sobre volumen, mejores son las propiedades antiapelmazantes.

Una implementación preferida de una composición sólida de nitrato de calcio particulado de acuerdo con la invención tiene un número de aglomeración inferior a 20, más preferiblemente inferior a 10. La expresión "tamaño promedio de partícula" como se usa aquí con referencia al nitrato de calcio se refiere al tamaño promedio de partícula por peso. El promedio se determina por segregación en un agitador de tamiz utilizando una pila de tamices de malla de alambre tejido con tamaños de malla de 2 mm, 1,5 mm, 1 mm, 0,5 mm, 0,1 mm y 0,05 mm y determinando el peso de cada fracción segregada y calculando el tamaño promedio.

El término "tamaño promedio de partícula" como se usa en el presente documento con referencia al agente antiapelmazante se refiere al tamaño promedio de partícula en peso. El promedio para agentes con partículas en el rango mayor 10-

750 μm se puede determinar mediante análisis de tamices usando tamices con aberturas de malla de 45 μm , 63 μm , 90 μm y 250 μm y determinando el peso de cada fracción y calculando el tamaño promedio. Para agentes antiapelmazantes con tamaños de partícula en la parte inferior del intervalo, i.e., 0,05-45 μm , el tamaño promedio de partícula en peso se puede determinar por difracción láser con análisis Mie.

El término "tamaño promedio de partícula similar" se refiere a una diferencia en el tamaño promedio de partícula en peso de no más de 0,1 mm.

El término "número de aglomeración" se refiere a un número que caracteriza el esfuerzo necesario para desintegrar un grumo/aglomerado. El número es la cantidad promedio de fuerza expresada en libras aplicadas uniformemente sobre la parte superior de un grumo/aglomerado (por medio de un disco plano de 3,5 cm de diámetro), necesario para desintegrar/romper el grumo/aglomerado.

Los bajos números de aglomeración indican una baja tendencia del polvo a agregarse. Una persona versada en el arte sabe que los polvos con un número de aglomeración inferior a 20 son polvos que fluyen libremente.

De acuerdo con un segundo aspecto de la invención, se proporciona una composición aglutinante premezclada que comprende un aglutinante hidráulico y una composición sólida de nitrato de calcio particulado del 0,5% en peso al 5% en peso de acuerdo con la invención como se describió en los párrafos anteriores.

Un aglutinante hidráulico es un material que fragua y endurece por hidratación. El término "composición de aglutinante premezclada" se refiere a una composición que comprende un aglutinante hidráulico y aditivos que influyen en el

funcionamiento del aglutinante hidráulico, por ejemplo, en su función como acelerador de fraguado.

El aglutinante hidráulico es preferiblemente cemento, cal o una mezcla de éstos.

- 5 En una composición aglutinante premezclada cementosa, el aglutinante hidráulico comprende al menos cemento, más preferiblemente un cemento hidráulico, incluso más preferiblemente cemento Portland, más preferiblemente cemento de alto horno Portland, cemento de cenizas volantes de Portland, cemento de puzolana de Portland o cemento de humo de sílice Portland.

10

El nitrato de calcio en general acelera el tiempo de fraguado de los aglutinantes hidráulicos, típicamente cemento, pero debido a su naturaleza higroscópica y, por lo tanto, a sus tendencias de aglomeración, es casi imposible obtener una mezcla homogénea del aglutinante con el nitrato de calcio. Cuando estos se mezclan, se

15 forman grumos de nitrato de calcio, teniendo como resultado que la mezcla de mortero o concreto no formará propiedades cementosas en el fraguado y por lo tanto formará puntos débiles cuando se fragua. Sin embargo, la invención resuelve estas tendencias de formación de grumos/aglomeración añadiendo un silicato sólido particulado como agente antiapelmazante que no interfiere negativamente

20 con el funcionamiento del aglutinante hidráulico. Por lo tanto, se puede lograr una composición aglutinante premezclada homogénea.

Aún más, la adición de un silicato sólido particulado a una composición aglutinante premezclada da como resultado un material que al fraguar tiene una resistencia

25 aumentada a la compresión y una porosidad reducida.

De acuerdo con un tercer aspecto de la invención, se proporciona una mezcla seca de mortero o un adhesivo de azulejos que comprende al menos

- un agregado fino, preferiblemente arena, y
- una composición aglutinante premezclada de acuerdo con la invención como se describió anteriormente. El término "mixtura seca de mortero" (o mezcla seca de mortero) es un término técnico y se refiere a una mezcla de todos los

5 ingredientes mencionados anteriormente, con la excepción del agua que se agrega a la mezcla seca de mortero justo antes de su uso, lo que resulta en una pasta húmeda de mortero. Una pasta húmeda de mortero se usa comúnmente como material de construcción para unir los bloques de construcción y llenar los espacios entre ellos. Una pasta húmeda de mortero se endurece cuando fragua, lo

10 que resulta en una estructura de agregado rígido. El mortero también se puede usar para fijar, o apuntar, mampostería cuando se ha lavado el mortero original. La mezcla seca de mortero preferiblemente se almacena seca en bolsas. En una mezcla seca de mortero cementoso, el aglutinante es cemento.

15 Una mezcla seca de mortero de acuerdo con la invención consiste típicamente en alrededor de 25% en peso de cemento, de aproximadamente 74% en peso de arena y de aproximadamente 0,25% en peso a 1% en peso de una composición de nitrato de calcio sólida particulada.

20 El término "composición adhesiva del azulejo" es un término técnico y se refiere a una mezcla de todos los ingredientes mencionados anteriormente, con la excepción del agua que se agrega al adhesivo del azulejo justo antes de ser usado, dando como resultado un adhesivo para azulejos húmedos. Una pasta adhesiva para azulejos se usa comúnmente como material de construcción para

25 pegar azulejos a una pared o un piso. Una pasta adhesiva de azulejo mojado se endurece cuando se fragua, lo que da como resultado una estructura de agregado rígido. Una composición adhesiva de azulejos de acuerdo con la invención consiste típicamente en alrededor de 30% en peso de cemento, aproximadamente

55% en peso de arena, aproximadamente 10% en peso de fibras, aproximadamente 0,25% en peso a 1% en peso de una composición sólida de nitrato de calcio particulado y el resto son otros productos químicos para modificar las propiedades recientes y largo plazo.

5

De acuerdo con un cuarto aspecto de la invención, se proporciona una mezcla seca de concreto que al menos comprende

- un agregado grueso que consiste en piedras y/o grava, y un agregado fino, preferiblemente arena;
- 10 - una composición aglutinante premezclada de acuerdo con la invención como se describió anteriormente. Dependiendo de las propiedades requeridas del concreto fraguado, el agregado grueso puede consistir en grava gruesa o piedras tales como, entre otras rocas trituradas, como piedra caliza o granito.
- 15 El término "mixtura seca de concreto" (o mezcla seca de concreto) es un término técnico y se refiere a una mezcla de todos los ingredientes mencionados anteriormente, con la excepción del agua que se agrega a la mezcla seca de concreto justo antes de usarse, lo que resulta en "concreto instantáneo". Este concreto instantáneo se puede moldear (típicamente vertido o fundido) y luego se
- 20 solidifica y endurece (también llamado curación o fraguado) en concreto resistente a la roca a través de un proceso químico llamado hidratación. El agua reacciona con el cemento, que une los otros componentes, creando finalmente una estructura de agregado en forma de un material robusto parecido a la piedra. El concreto se usa comúnmente como material de construcción. A menudo se
- 25 incluyen refuerzos para lograr las propiedades físicas deseadas del material de construcción. La mezcla seca de concreto se almacena preferentemente en bolsas secas.

Una mezcla seca de concreto de acuerdo con la invención consiste típicamente en alrededor de 14% en peso de cemento, de aproximadamente 85% en peso de agregado fino y agregado grueso y de aproximadamente 0,1-0,7% en peso de composición sólida de nitrato de calcio particulado.

5

Dado que en esta mezcla seca de mortero o concreto, se utiliza una composición de aglutinante premezclada que está libre de grumos de nitrato de calcio, también la mezcla seca de mortero o concreto estará libre de grumos de nitrato de calcio. Esto significa que, al momento del fraguado, no se forman puntos débiles debido a la presencia de grumos de nitrato de calcio.

10

Además, el mortero fraguado o concreto fraguado debido a la presencia de dióxido de silicio tendrá una mayor resistencia y una porosidad reducida.

15

En un quinto aspecto de acuerdo con la invención, se describe un método para producir una composición sólida de nitrato de calcio particulado de acuerdo con la invención como se describió anteriormente, el método comprende las etapas de:

- proporcionar un nitrato de calcio anhidro sólido particulado recién producido y enfriado, nitrato de potasio de calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado, que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 mm y 1 mm; y

20

- añadir al nitrato de calcio anhidro sólido particulado recién producido y enfriado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado, un silicato sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 μm y 750 μm en una cantidad de 0,01% en peso a 5,00% en peso del contenido en peso de la composición sólida de nitrato de calcio particulado como agente antiapelmazante para el nitrato de calcio anhidro

25

sólido particulado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado.

De acuerdo con una implementación particular, el método para producir una
5 composición sólida de nitrato de calcio particulado como se describe aquí, comprende las etapas de:

- Proporcionar un nitrato de calcio anhidro sólido particulado recién producido y enfriado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado, que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre
10 0,1 mm y 1 mm; y

- añadir al nitrato de calcio anhidro sólido particulado recién producido y enfriado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado, un silicato sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 μm y 750 μm en una cantidad de 0,01% en peso
15 a 2.00% en peso del contenido en peso de la composición sólida de nitrato de calcio particulado como agente antiapelmazante para el nitrato de calcio anhidro sólido particulado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado.

20 El término "nitrato de calcio anhidro sólido particulado recién producido y enfriado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado" se refiere a nitrato de calcio sólido particulado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado que tiene el mismo contenido de agua en el momento en que el nitrato de calcio en forma de
25 partículas sólidas, el nitrato de potasio calcio sólido particulado o el nitrato de amonio calcio sólido particulado dejan el proceso de producción como producto final. El nitrato de calcio sólido particulado, el nitrato de potasio calcio sólido particulado o el nitrato de amonio calcio sólido particulado no estaban en contacto

con el aire húmedo. La cantidad de agua libre en el nitrato de calcio sólido
particulado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio
sólido particulado es menor que 1% en peso. El agua libre es agua que no es
agua cristalina o agua que no está contenida en la red cristalina del nitrato de
5 calcio sólido particulado, nitrato de potasio calcio sólido particulado o nitrato de
amonio calcio sólido particulado.

Este método tiene la ventaja que el agente antiapelmazante se agrega antes que
el nitrato de calcio sólido particulado, el nitrato de potasio calcio sólido particulado
10 o el nitrato de amonio calcio sólido particulado haya podido absorber agua debido
a su naturaleza higroscópica. Una vez que el agua es absorbida por el nitrato de
calcio sólido particulado, el nitrato de potasio calcio sólido particulado o el nitrato
de amonio calcio sólido particulado, comienzan a formarse grumos. Agregar
silicato sólido particulado a nitrato de calcio sólido particulado, nitrato de potasio
15 calcio sólido particulado o nitrato de amonio calcio sólido particulado con grumos
ya en él no romperá los grumos ya existentes. El silicato sólido particulado solo
evitará la formación de nuevos grumos.

En una primera implementación posible de un método de acuerdo con la
20 invención, la composición sólida de nitrato de calcio particulado comprende
además un nitrato de calcio anhidro sólido particulado y tiene partículas con un
tamaño promedio de partícula entre 0,1 mm y 1 mm.

En otra implementación posible de un método de acuerdo con la invención, la
25 composición sólida de nitrato de calcio particulado comprende además un nitrato
de potasio calcio sólido particulado y tiene partículas con un tamaño promedio de
partícula entre 0,1 mm y 1 mm.

Todavía en otra implementación de un método de acuerdo con la invención, la composición sólida de nitrato de calcio particulado comprende además nitrato de amonio calcio sólido particulado y tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 y 1 mm.

5

El nitrato de calcio anhidro sólido particulado, el nitrato de potasio calcio sólido particulado o el nitrato de amonio calcio sólido particulado y el silicato sólido particulado tienen preferiblemente un tamaño promedio de partícula similar.

10 En un método ventajoso de acuerdo con la invención, el silicato sólido particulado está presente en una cantidad de 0,01 a 5,00% en peso, preferiblemente en una cantidad de 0,05 a 2% en peso, y lo más preferido en una cantidad de 0,1 a 1% en peso del contenido de peso de la composición sólida de nitrato de calcio particulado.

15

En una implementación preferida de un método de acuerdo con la invención, el silicato sólido particulado es un dióxido de silicio sólido particulado.

En una implementación más preferida de un método de acuerdo con la invención,
20 el silicato sólido particulado es un dióxido de silicio sólido particulado amorfo.

En una implementación más preferida de acuerdo con la invención, el dióxido de silicio sólido particulado amorfo consiste en un humo de sílice, una tierra de diatomeas o mezclas de éstos.

25

Preferiblemente, la composición tiene un número de aglomeración inferior a 20.

En un sexto aspecto de acuerdo con la invención, se describe el uso de un silicato sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 μm y 750 μm como agente antiapelmazante para una composición sólida de nitrato de calcio particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 mm y 1 mm.

El silicato sólido particulado tiene la ventaja que son efectivas pequeñas cantidades relativas para mantener fluida la composición de nitrato de calcio sólida particulada. Las cantidades en el intervalo de 0,01% en peso a 5,00% en peso, más preferiblemente 0,05% en peso a 2,00% en peso, y lo más preferido 0,1% en peso a 1% en peso, son suficientes para mantener fluida la composición de nitrato de calcio sólida particulada.

Además, el uso de silicato sólido particulado como agente antiapelmazante permite usar composiciones sólidas de nitrato de calcio particulado de flujo libre en aplicaciones en las que otros agentes antiapelmazantes están causando reacciones secundarias no deseadas, por ejemplo, los iones de magnesio en el agente antiapelmazante talco que causa puntos débiles en el concreto ya que los iones de magnesio forman brucita, que no es cementosa.

En un séptimo aspecto de acuerdo con la invención, se describe el uso de una composición sólida de nitrato de calcio particulado de acuerdo con la invención como un acelerador de fraguado para un aglutinante cementoso.

La ventaja de esto es que el acelerador de fraguado está libre de grumos y, por lo tanto, se puede mezclar a través del ligante cementoso obteniendo una mezcla homogénea. Si hubiera grumos en el acelerador de fraguado, estos grumos también estarían presentes en el aglutinante cementoso y, en consecuencia,

también en el mortero o el concreto fabricado con tal aglutinante cementoso. Los grumos no tienen propiedades cementosas y, por lo tanto, provocan puntos débiles en el mortero o el concreto. Un acelerador de ajuste con base en una composición sólida de nitrato de calcio particulado de flujo libre de acuerdo con la invención evita este problema.

En una implementación preferida, el aglutinante cementoso se usa en una mezcla seca de mortero, una mezcla seca de concreto o una composición adhesiva de azulejos.

Esto da como resultado una mezcla seca de mortero, una mezcla seca de concreto o una composición adhesiva de azulejos con un tiempo acelerado de fraguado, pero sin los puntos débiles que se forman durante el fraguado del producto debido a grumos que de otro modo estarían formados por el aglutinante cementoso sin partículas sólidas de silicato como agente antiapelmazante.

Descripción de las figuras

- La Figura 1 muestra una representación gráfica de las mediciones de peso (relacionadas con la captación de agua) de las diferentes muestras almacenadas en contenedores cerrados después de 1 día, 1 semana y 1 mes;

- La figura 2 muestra una representación gráfica de las mediciones de peso (relacionadas con la captación de agua) de las mismas muestras de la figura 1 almacenadas en recipientes abiertos después de 1 día, 1 semana y 1 mes;

- La Figura 3 muestra un diagrama de los resultados de la prueba de NitCal 99 de acuerdo con el segundo método de prueba de fluidez usando el analizador de fluidez aero-flow en polvo;

- 5 - La Figura 4 muestra un diagrama de los resultados de la prueba de NitCal 99+ 1% en peso de Damolin DA 100G de acuerdo con el segundo método de prueba de fluidez utilizando el analizador de fluidez aero-flow en polvo.

Descripción detallada de la Invención

10

La presente invención se refiere a una composición sólida de nitrato de calcio particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 mm y 1 mm, esta composición comprende un silicato sólido particulado con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 μm y 750 μm . Se ha demostrado que el
15 silicato sólido particulado es eficaz para mantener una composición sólida de nitrato de calcio particulado con el tamaño promedio de partícula específico (denominado adicionalmente en la descripción "polvo de nitrato de calcio"), un polvo fluido, incluso después de la exposición al aire con una humedad relativa del 77% durante 24 horas a 20°C, en un intervalo de preferiblemente 0,01% en peso a
20 5,00% en peso, más preferiblemente 0,05% en peso a 2,00% en peso, y lo más preferido 0,1% en peso a 1% en peso del contenido en peso de la composición sólida de nitrato de calcio particulado.

El nitrato de calcio es un compuesto inorgánico con la fórmula $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$. Esta sal
25 incolora absorbe la humedad del aire y se encuentra comúnmente como un tetrahidrato. Se usa principalmente como un componente en fertilizantes. Las sales relacionadas conocidas son nitrato de amonio pentacalcio decahidratado y nitrato de potasio pentacalcio decahidratado. Están disponibles diferentes sales de

nitrato de calcio en Yara International ASA (Oslo, Noruega) bajo la marca registrada NitCal (sólidos con una concentración de aproximadamente 76 y 78% en peso de nitrato de calcio y soluciones de aproximadamente de 45 y 50% en peso).

5

La composición de nitrato de calcio sólido particulado puede, junto al silicato sólido particulado con partículas que tienen el tamaño de partícula específico, comprender también varias y diferentes sales de nitrato de calcio relacionadas, i.e.

- un nitrato de calcio anhidro sólido particulado;
- 10 - un nitrato de potasio calcio sólido particulado; o
- un nitrato de amonio calcio sólido particulado;

Todos tienen partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 y 1 mm.

- 15 El nitrato de potasio calcio sólido particulado y el nitrato de amonio calcio sólido particulado son preferiblemente sales dobles de nitrato de calcio con potasio o amonio. Una sal doble es una sal que contiene más de un catión o anión, y se obtiene mediante una combinación de dos sales diferentes que se cristalizan en la misma retícula iónica regular. Tales composiciones son de especial interés en la
- 20 industria de fertilizantes. Se observa que el término "nitrato de amonio calcio" se refiere a nitrato de amonio pentacalcio decahidratado (CAS-No.: 15245-12-2; EC: No. 239-289-5). Esto no se debe confundir con el "nitrato de amonio calcio", que es el término técnico para la mezcla de piedra caliza y nitrato de amonio. El término "nitrato de potasio calcio" se refiere a nitrato de pentacalcio potásico
- 25 decahidratado (CAS-No.: 905593-70-6; Notificación del producto: 07-16-0045-00).

El tamaño promedio de partícula del silicato sólido particulado como agente antiapelmazante es preferiblemente de 0,05 a 750 μm , más preferiblemente de

0,01 μm a 500 μm , incluso más preferiblemente de 0,10 a 200 μm , aún incluso más preferiblemente de 0,15 a 100 μm , lo más preferido de 0,20 a 50 μm , típicamente de 0,30 a 10 μm y especialmente de 0,50 a 1 μm .

- 5 Lo más preferido, el nitrato de calcio anhidro sólido particulado, el nitrato de potasio calcio sólido particulado o el nitrato de amonio calcio sólido particulado y el silicato sólido particulado tienen un tamaño promedio de partícula similar, preferiblemente de alrededor de 100 μm .
- 10 El tamaño promedio de partícula de las partículas de las diferentes composiciones y polvos como se menciona en esta solicitud de patente se mide por promedio de segregación de partículas. En la segregación de partículas, los sólidos particulados tienden a segregarse en virtud de las diferencias en el tamaño, y también las propiedades físicas tales como el volumen, la densidad, la forma y
- 15 otras propiedades de las partículas de las que están compuestas. En el presente ejemplo, las partículas obtenidas se segregaron en un agitador de tamiz utilizando una pila de tamices de malla de alambre tejido que tenían tamaños de malla de 2 mm, 1,5 mm, 1 mm, 0,5 mm, 0,1 mm y 0,05 mm, respectivamente. Se pueden usar tamices adicionales para obtener segregación adicional. El silicato sólido
- 20 particulado que se aplica preferiblemente como agente antiapelmazante es un dióxido de silicio sólido particulado, más preferiblemente un dióxido de silicio sólido particulado amorfo y lo más preferido un humo de sílice y tierra de diatomeas.
- 25 La composición sólida de nitrato de calcio particulado tiene preferiblemente un número de aglomeración inferior a 20 y más preferiblemente inferior a 10.

En el método para producir una composición sólida de nitrato de calcio particulado de acuerdo con la invención como se describió anteriormente, se incluyen las siguientes etapas:

- proporcionar un nitrato de calcio anhidro sólido particulado recién producido y enfriado, un nitrato de potasio calcio sólido particulado o un nitrato de amonio calcio sólido particulado, que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 y 1 mm;
- añadir al nitrato de calcio anhidro sólido particulado recién producido y enfriado, un nitrato de potasio calcio sólido particulado o un nitrato de amonio calcio sólido particulado, un silicato sólido particulado que tiene partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,05 μ m y 750 μ m en una cantidad de 0,01% en peso a 0,05% en peso del contenido en peso de la composición sólida de nitrato de calcio particulado. Como agente antiapelmazante para el nitrato de calcio anhidro sólido particulado, un nitrato de potasio de calcio sólido particulado o un nitrato de amonio calcio sólido particulado.

Este nitrato de calcio anhidro sólido particulado, un nitrato de potasio calcio sólido particulado o un nitrato de amonio calcio sólido particulado, que tienen partículas con un tamaño promedio de partícula entre 0,1 mm y 1 mm, se pueden producir por promedio de un turbo-secador industrial tal como turbo-secador (también denominado turbo-concentrador) como se describe en la patente europea 0749772 y fabricado por la empresa VOMM Impianti e Processi, Rozzano (MI). Un método para producir un polvo anhidro que tiene

- un contenido de nitrato de calcio entre 92 y 99.9% en peso;
- un contenido de agua entre 0,1 y 8% en peso; y
- un tamaño de partícula entre 0,05 y 1,5 mm,

en donde el método comprende la etapa de someter una solución de nitrato de calcio que tiene un contenido de agua entre 70% en peso y 15% en peso de agua y un contenido de nitrato de calcio entre 30% en peso y 80% en peso a una etapa de secado en un turbo secador industrial, que da como resultado el polvo de nitrato de calcio anhidro, que ha sido descrito en la solicitud de patente noruega en trámite no. 20140795 y la solicitud de patente PCT en trámite no. PCT/EP2015/064065.

La mezcla del agente antiapelmazante con el nitrato de calcio anhidro sólido particulado, un nitrato de potasio calcio sólido particulado o un nitrato de amonio calcio sólido particulado para formar la composición final de nitrato de calcio sólido particulado se hace antes del nitrato de calcio anhidro sólido particulado, el nitrato de potasio calcio sólido particulado o el nitrato de amonio calcio sólido particulado puede absorber agua del aire. Por consiguiente, el nitrato de calcio anhidro sólido particulado, el nitrato de potasio calcio sólido particulado o el nitrato de amonio calcio sólido particulado tienen el mismo contenido de agua que cuando dejan el proceso de producción.

La composición sólida de nitrato de calcio particulado se puede mezclar con un aglutinante para formar una composición aglutinante premezclada. Con esta, se mezclará con el aglutinante 0,5% en peso a 5% en peso de la composición sólida de nitrato de calcio particulado de acuerdo con la invención como se describió en el párrafo anterior. Para formar un aglutinante premezcla cementoso, el aglutinante es un aglutinante cementoso tal como cemento. Preferiblemente, se usa un cemento hidráulico, incluso más preferiblemente cemento Portland, más preferiblemente cemento de alto horno Portland, cemento de ceniza volante de Portland, cemento de puzolana Portland o cemento de humo de sílice Portland.

La composición de aglutinante premezclada estará libre de grumos ya que una composición de nitrato de calcio sólida particulada de flujo libre de acuerdo con la invención como se describió anteriormente se incorporará en la composición de aglutinante premezclada, a través de la cual, tras el fraguado, no se formarán puntos débiles en el producto endurecido.

Los materiales de construcción tales como mezclas secas de mortero, composiciones de adhesivo de azulejos y mezclas secas de concreto, se pueden preparar a partir de una composición aglutinante premezclada como se describió anteriormente al mezclar la composición aglutinante premezclada con los agregados. Dependiendo del tipo de material de construcción, se usan diferentes agregados. Para producir, por ejemplo, una mezcla seca de mortero, se usa un agregado fino, preferiblemente arena, mientras que, para producir una mezcla seca de concreto, se usa una mezcla de un agregado grueso y fino, el agregado grueso consiste preferiblemente en piedras y/o grava y el agregado fino preferiblemente es arena. Para obtener los materiales de construcción, la composición aglutinante premezclada de acuerdo con la invención como se describió anteriormente se mezcla con 200% en volumen a 900% en volumen, preferiblemente 300% en volumen a 800% en volumen, más preferiblemente 400% en volumen a 700% en volumen y lo más preferido 500% en volumen a 600% en volumen de al menos uno de los agregados mencionados anteriormente.

La composición sólida de nitrato de calcio particulado causará un tiempo de fraguado más corto de los materiales de construcción. El tiempo de fraguado inicial de la composición de ligante premezcla de acuerdo con la invención como se describió anteriormente y de los materiales de construcción es preferiblemente de 15 minutos a 60 minutos, más preferiblemente de 20 minutos a 50 minutos, incluso más preferiblemente de 30 minutos a 40 minutos y lo más preferido 35

minutos. La presente invención se describirá ahora con más detalles, haciendo referencia a ejemplos que no son limitativos.

Ejemplos

5 Ejemplo 1

El polvo de nitrato de calcio anhidro recién producido y enfriado (99% en peso de nitrato de calcio, 1% en peso de agua cristalina, 90% en peso de partículas con un tamaño de partícula entre 0,1 mm-1 mm, 5% en peso mayor de 1 mm, 5% en peso menor de 0,1 mm, determinado por análisis de tamizado) se mezcla con un 0,05%
10 en peso de humo de sílice (en comparación con el peso del polvo de nitrato de calcio anhidro). La mistura se mezcla a fondo. Paralelamente, se utiliza una muestra sin adición de humo de sílice como referencia. Las muestras se exponen a un aire estándar de laboratorio (20°C, 77% de humedad relativa) durante un día (24 horas). Se puede observar a simple vista que el polvo con adición de humo de
15 sílice permanece fluyendo libremente, mientras que el polvo sin humo de sílice forma grumos.

Ejemplo 2

El polvo de nitrato de calcio anhidro recién producido y enfriado (99% en peso de
20 nitrato de calcio, 1% en peso de agua cristalina, 90% en peso de partículas con un tamaño de partícula entre 0,1 mm-1 mm, 5% en peso mayor de 1 mm, 5% en peso menor de 0,1 mm determinado por análisis de tamizado) se mezcla con 1,00% en peso de humo de sílice, en comparación con el peso del polvo de nitrato de calcio anhidro. La mixtura se mezcla a fondo. Paralelamente, se utiliza una muestra sin
25 adición de humo de sílice como referencia. Las muestras se exponen a un aire estándar de laboratorio (20°C, 77% humedad relativa) durante tres días (72 horas). Se puede observar a simple vista que el polvo con adición de humo de

sílice permanece fluyendo libremente mientras que el polvo sin humo de sílice forma grumos.

Ejemplo 3

- 5 El polvo de nitrato de potasio calcio recién producido y enfriado (77% en peso de nitrato de calcio, 8% en peso de nitrato de potasio, 15% en peso de agua cristalina, 90% en peso de partículas con un tamaño de partícula entre 0,1 mm-1 mm, 5% en peso mayor que 1 mm, 5% en peso menor que 0,1 mm determinado por análisis de tamizado) se mezcla con 0,10% en peso de humo de sílice en
- 10 comparación con el contenido en peso del polvo de nitrato de potasio calcio. La mixtura se mezcla a fondo. Paralelamente, se utiliza una muestra sin adición de humo de sílice como referencia. Las muestras se exponen a un aire estándar de laboratorio (20°C, 70% de humedad relativa) durante un día (24 horas). Se puede observar a simple vista que el polvo con adición de humo de sílice permanece
- 15 fluyendo libremente mientras que el polvo sin humo de sílice forma grumos.

Se resalta que el comportamiento del polvo de nitrato de amonio calcio es el mismo que el del polvo de nitrato de potasio calcio.

20 Ejemplo 4

- El polvo de nitrato de calcio anhidro puro recién producido y enfriado (99% en peso de nitrato de calcio, 1% en peso de agua cristalina (90% en peso de partículas con un tamaño de partícula entre 0,1 mm-1 mm, 5% en peso mayor de 1 mm, 5% en peso menor a 0,1 mm determinado por análisis de tamizado) se
- 25 mezcla con 1% en peso de tierra de diatomeas (tamaño promedio de partícula de 0,1 mm) (en comparación con el peso del polvo anhidro de nitrato de calcio anhidro). La mixtura se mezcla a fondo. Paralelamente, se utiliza tierra de diatomeas como referencia. Las muestras se exponen a un aire estándar de

laboratorio (20°C, 77% de humedad relativa) durante un día (24 horas). Se puede observar a simple vista que el polvo con tierra de diatomeas permanece fluyendo libremente mientras el polvo sin humo de sílice forma grumos.

Ejemplo 5

En una prueba de laboratorio, el agua absorbe una mezcla de un polvo de nitrato de calcio anhidro puro (99% en peso de nitrato de calcio, 1% en peso de agua cristalina, 90% en peso de partículas con un tamaño de partícula entre 0,1 mm-1 mm, 5% en peso mayor de 1 mm, 5% en peso menor que 0,1 mm determinado por análisis de tamizado) y un agente antiapelmazante.

- De acuerdo con el estado del arte, i.e., el polvo de talco (que se usa comúnmente como agente antiapelmazante en productos NPK), más específicamente Finntalc M30-SQ de Mondo Minerals BV, que tiene un tamaño promedio de partícula (50%) de 10 µm, y

De acuerdo con la invención, i.e., Damolin DA100G, es un producto de tierra de diatomeas; se han comparado.

Damolin DA100G tiene las siguientes especificaciones:

Análisis de Tamiz	Max	Promedio
>45 µm	28 %	21.7 %
>63 µm	18 %	14.1 %
>90 µm	12 %	7.3 %
>250 µm	4 %	0.2 %

En la tabla I a continuación, se aprecian diferentes muestras, que consisten en diferentes cantidades de polvo de nitrato de calcio anhidro puro que se mezcla con, por un lado, polvo de talco y, por otro lado, el producto de tierra de

diatomeas, que se han probado. Todas las muestras recién mezcladas pesaron inicialmente 100 g.

Muestra	Polvo CN anhidro puro (% en peso)	Damolin DA 100G (% en peso)	Finntalc –M30-SQ (% en peso)
1	98	2	0
2	99	1	0
3	99.9	0,1	0
4	98	0	2
5	99	0	1
6	99.9	0	0,1

Tabla I: muestras diferentes que consisten en diferentes cantidades de polvo de nitrato de calcio anhidro puro que se mezcla con, por una parte, polvo de talco y, por otra parte, el producto de tierra de diatomeas.

La prueba de laboratorio consistió en almacenar las diferentes muestras de la tabla I en un banco de laboratorio en un contenedor abierto y cerrado. Después de 1 día, 1 semana y 1 mes, las muestras se pesaron (ver tabla II) y se evaluaron visualmente. Los resultados de medición se dan en la tabla II a continuación.

Muestra	Aumento de peso [g]					
	1 día		1 semana		1 mes	
	Cerrado	Abierto	Cerrado	Abierto	Cerrado	Abierto
1	0,01	0.62	0,03	3.96	0.24	16.04
2	0,01	0.66	0,03	2.96	0.21	15.83
3	0,01	0,14	0,02	3.30	0,18	15.05
4	0,01	0.73	0,03	3.79	0,19	15.94
5	0,01	0.72	0,02	3.91	0,18	16.48
6	0,00	0.72	0,01	3.68	0,18	16.70

Tabla II: Peso de las muestras de la tabla I en un recipiente abierto y cerrado después de 1 día, 1 semana y 1 mes de almacenamiento en un banco de laboratorio.

En la figura 1, se muestra una representación gráfica de las mediciones de peso (relacionadas con la captación de agua) de las muestras 1-6 almacenadas en contenedores cerrados, mientras que en la figura 2 se muestra una representación gráfica de las mediciones de peso (relacionadas con la captación de agua) de las muestras 1-6 almacenadas en contenedores abiertos.

Fuera de estas mediciones de peso, se puede concluir que la adición del producto Damolin DA100G conduce a una absorción de agua mayor o al menos similar con el tiempo en comparación con el polvo de talco. Las diferencias son menores.

En la tabla III a continuación, se muestra el impacto del polvo de talco y el producto de tierra de diatomeas sobre la formación de grumos y el apelmazamiento del polvo de nitrato de calcio anhidro puro.

Muestra	Formación de grumos y apelmazamiento									
	1 día		1 semana		1 mes					
	Cerrado	Abierto	Cerrado	Abierto	Cerrado	Abierto				
1	OK	Disminución de capa	OK	Capa incrementada	Grumos suaves	Apelmazado				
2				Apelmazado	Un Grumo					
3										
4		Capa significativa		Apelmazado						
5										
6										

Tabla III: Impacto del polvo de talco y tierra de diatomeas sobre la formación de grumos y el apelmazamiento del polvo de nitrato de calcio anhidro puro.

Fuera de la tabla III, se puede concluir que la adición del producto de tierra de diatomeas a una muestra abierta no proporciona protección contra la formación de grumos y apelmazamiento. Sin embargo, la adición de 1% en peso del producto de tierra de diatomeas al polvo de nitrato de calcio anhidro puro parece ser

suficiente para evitar el apelmazamiento hasta un mes. También la formación de grumos se reduce fuertemente.

Ejemplo 6

5 Se probaron dos muestras por promedio de los métodos de prueba de fluidez como se describe a continuación, i.e.;

- NitCal 99, que es nitrato de calcio con una pureza de 99% en peso;
- NitCal 99 con 1% en peso de Damolin DA 100G.

10

Método de prueba 1

El primer método de prueba es el método de prueba de fluidez según el método de la Farmacopea Europea "2.9.16. Fluidez". Esta prueba de fluidez está destinada a
15 determinar la capacidad de los sólidos divididos (por ejemplo, polvos y gránulos) para fluir verticalmente en condiciones definidas. De acuerdo con las propiedades de flujo del material a probar, se utilizan embudos con o sin vástago, con diferentes ángulos y diámetros de orificio. El embudo se mantiene en posición vertical con un dispositivo adecuado. El conjunto debe estar protegido de las
20 vibraciones.

Las etapas del método para esta prueba son los siguientes: introducir sin compactar en un embudo seco, cuya abertura inferior ha sido bloqueada por medios adecuados, una muestra de prueba pesada con una precisión del 0,5%. La
25 cantidad de la muestra depende del volumen aparente y el aparato utilizado. Desbloquee la abertura inferior del embudo y mida el tiempo necesario para que toda la muestra salga del embudo. Lleva a cabo tres de estas determinaciones. El embudo utilizado aquí tenía una abertura de 25 mm.

La fluidez se expresa en segundos y décimas de segundo, en relación con 100 g de muestra (s/100 g). Los resultados dependen de las condiciones de almacenamiento del material a probar.

5

Método de prueba 2

El segundo método de prueba es determinar la fluidez usando un analizador de fluidez de polvo aero-flow. En este método de prueba, las muestras se llenan en un tambor cilíndrico transparente que gira lentamente alrededor de su eje horizontal a una velocidad constante. Cuando el ángulo en la superficie de la muestra se vuelve demasiado grande, el polvo fluirá hacia el fondo del tambor. Esto se puede comparar con una avalancha. El instrumento registra el intervalo de tiempo entre las avalanchas y el tamaño de la avalancha. Cada una de las muestras se probó durante tres minutos a tres velocidades diferentes, i.e., 60 s/rotación, 120 s/rotación y 180 s/rotación.

Resultados de las muestras analizadas mediante los métodos de prueba 1 y

2

20

- *Método de prueba 1:* NitCal 99 no fluyó a través del embudo en absoluto mientras que NitCal 99 con 1% en peso de Damolin DA 100G obtuvo un resultado de 0,4 s/100g – 1,0 s/100g.

25

- *Método de prueba 2:* NitCal 99 + 1% en peso Damolin DA 100G tiene un mayor número de avalanchas, por lo tanto, un tiempo más corto entre las avalanchas que NitCal 99. A los 60 segundos por rotación, el tiempo promedio entre las avalanchas se reduce de 3,76 segundos cuando se prueba NitCal 99

solo a 2,68 segundos cuando se prueba NitCal 99 + 1% en peso de Damolin DA 100G. Con 120 segundos por rotación, el tiempo promedio entre las avalanchas se reduce de 7,78 segundos cuando se prueba NitCal 99 solo a 5,45 segundos cuando se prueba NitCal 99 + 1% en peso de Damolin DA 100G. Con 180
5 segundos por rotación, el tiempo promedio entre las avalanchas se reduce de 13,7 segundos cuando se prueba NitCal 99 solo a 8,03 segundos cuando se prueba NitCal 99 + 1% en peso de Damolin DA 100G. Como se puede ver en las figuras 3 y 4, el "garabato" del diagrama de NitCal 99 + 1% en peso de Damolin DA 100G está más junto que el "garabato" del diagrama de NitCal 99 solo. Cuanto más
10 juntos el "garabato" en el diagrama, mejor es la fluidez.

De los dos métodos de prueba anteriores, se puede concluir que la fluidez de NitCal 99 solo es muy pobre, mientras que se agrega un agente antiapelmazante de acuerdo con la invención, tal como un producto de tierra de diatomeas, ya que
15 Damolin DA 100G mejora significativamente la fluidez.