

PETITORIO

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA



Patente No. 01017435
Fecha de depósito: 03/03/2000
Tramite: 025 PATENTES
Clasificación: 2700 01 01 01 DE 1500 02 01 01 01

**FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE-
2000-3**

1 **SOLICITUD DE**
☒ Patente de Invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad

2 SOLICITANTE (71)	Nombre: 3P. TECHNOLOGIES LTD	IDENTIFICACIÓN CC ☐ NIT ☐ CE ☐ Otro ☐ Número _____
	Dirección: P.O. Box 155	
	Teléfono: 36602 Fax: Nesher	
	E-mail: _____	
Domicilio: ISRAEL		

3 REPRESENTANTE O APODERADO (74)	Nombre: MAURICIO JARAMILLO	IDENTIFICACIÓN CC ☒ NIT ☐ CE ☐ Otro ☐ Número: 80421942 TP74555
	Dirección: Carrera 9 No. 73-24 P.3	
	Teléfono: 3 107055 Fax: _____	
	E-mail: _____	

4 INVENTOR (ES) (72)	Nombre: ISAAC YANIV	IDENTIFICACIÓN CC ☐ Otro ☐ CE ☐ Número: _____
	Dirección: 75. Yaginton Street	
	Teléfono: 34792 Fax: Haifa	
	E-mail: _____	
Domicilio: Israel		

5 **Título (54)**: ARAGONITO, PRECIPITADO Y UN PROCESO PARA PRRÁ PRODUCIRLO

6 **Clasificación Internacional (51)**: C01 F 11/18

7 Prioridad SI ☐ NO ☐	(33) País de Origen	(32) Fecha	(31) Número de Solicitud
	US ESTADOS UNIDOS	MARZO 6/2000	US No. 09,519,749

8 **Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los:**
6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses ☐ Otro ☐

9 **Comprobante de pago No.** _____ **Fecha** _____

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta pagina

CÓMO DILIGENCIAR EL FORMULARIO

- Si faltara espacio en algún recuadro de este Impreso, utilice hojas complementarias.
 - Los espacios sombreados corresponden a los requisitos mínimos que deben cumplirse para obtener fecha de presentación de la solicitud.
 - Si alguna casilla del formulario no fuera cubierta, se cruzará una línea oblicua.
1. **Solicitud de:** Únicamente se acepta una opción por cada solicitud. Debe marcarse en la casilla correspondiente si se trata de una solicitud de registro de Patente de Invención o Patente de Modelo de Utilidad.
 2. **Solicitante:** Es la persona natural o jurídica que está solicitando el registro. Debe indicarse: nombre, dirección, teléfono, fax o E-mail.
Identificación: Corresponde a la indicación del documento de identidad del solicitante, discriminando en la casilla correspondiente, si se trata de C.C. (cédula de ciudadanía), NIT (Número de Identificación Tributaria), C.E. (Cédula de Extranjería); u Otro (en caso de que la identificación del solicitante corresponda a un documento diferente a los anteriormente mencionados.)
Domicilio: Indicar el país o estado, departamento y ciudad.
 3. **Representante o apoderado:** En este espacio debe indicar el nombre del representante legal cuando se trate de una persona jurídica si no se está actuando a través de apoderado y deberá acreditarse tal calidad. Si se actúa a través de apoderado, debe indicarse el nombre del abogado que adelantará la actuación administrativa y anexar poder. Si la solicitud la adelanta una persona natural sin apoderado, no debe diligenciarse esta casilla.
 4. **Inventor:** Nombre y Apellido. (Debe ser una persona natural).
 5. **Título de la Invención:** Es el nombre de la invención. Debe definir en forma breve y precisa el objetivo de la invención de tal manera que permita ubicar al lector en el campo tecnológico a que pertenece la invención. El título debe estar acorde con la descripción y reivindicaciones, no debe referirse a marcas ni nombres comerciales.
 6. **Clasificación Internacional:** Este espacio se deja en blanco para ser llenado por la entidad.
 7. **Prioridad:** Si el solicitante ha presentado inicialmente una solicitud en otro país para este mismo objeto, puede reclamar o reivindicar prioridad de esta solicitud, siempre y cuando la presentación se haga dentro del año siguiente a la primera presentación.
 8. Indicar el tiempo en el que se desea que se publique la solicitud.
 9. **Comprobante de pago:** Referenciar el número y fecha del recibo de pago de la tasa establecida. Este comprobante deberá anexarse.
 10. **Anexos:** Deben marcarse con una X las casillas correspondientes a los documentos que acompañarán la solicitud. Para el diligenciamiento ver revés de la siguiente hoja.
 11. **Firma:** Si se actúa a través de abogado la firma deberá ser la del apoderado; si actúa directamente una persona jurídica la firma deberá ser la de su representante legal y si actúa directamente una persona natural ésta deberá firmar la solicitud.

IMPORTANTE:

Si no es especialista en la materia, le recomendamos:

Consultar la normatividad relacionada con este trámite en www.sic.gov.co o en la Biblioteca de la SIC, carrera 13 No. 27-00 piso 5 de lunes a viernes de 8:30 a.m. a 5:00 p.m. jornada continua.

Leer detenidamente los folletos y los instructivos para el diligenciamiento de los formularios.

Una vez radicada la solicitud, informarse permanentemente sobre el estado de su trámite y, si es del caso, contestar dentro del término los requerimientos notificados según las disposiciones legales vigentes.

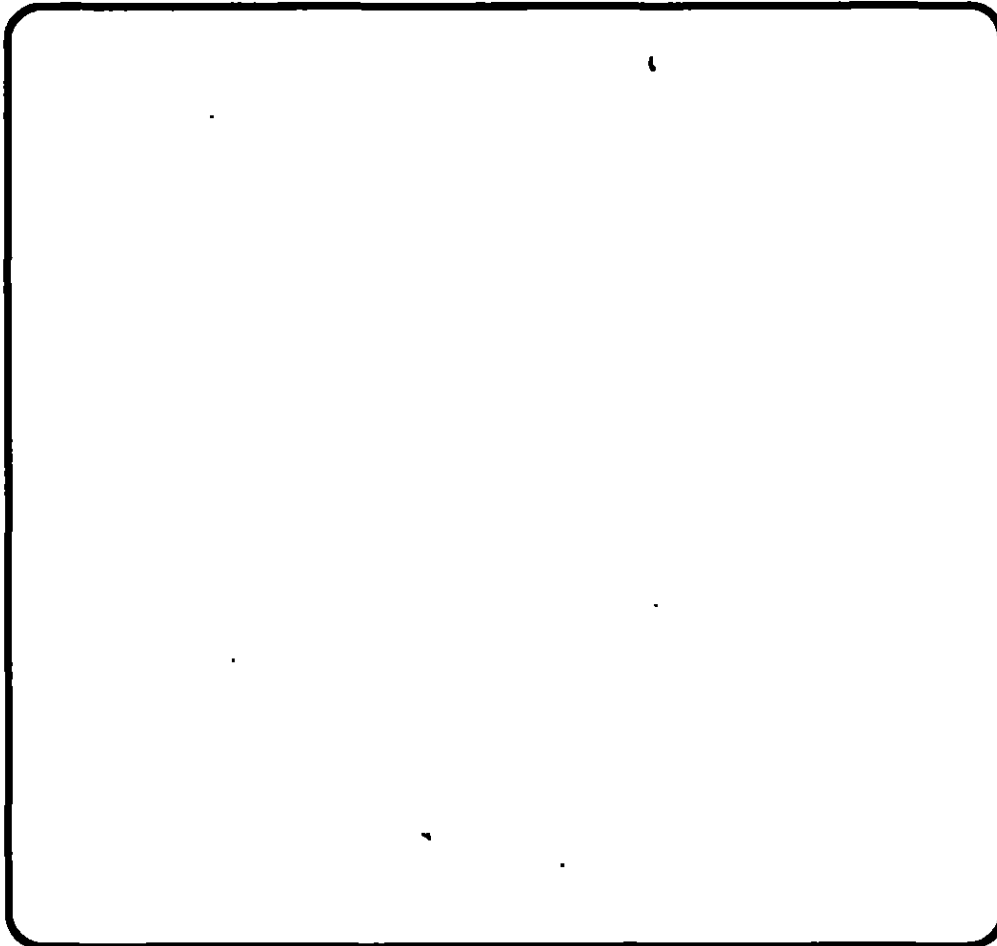
ANEXOS

10

- ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.
- ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.
- ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.
- ☐ Certificado de existencia y representación legal cuando el solicitante sea persona jurídica.
- ☐ Poderes, si fuere el caso.
- ☐ Copia certificada de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad.
- ☐ Documento de cesión del inventor al solicitante o a su causante.
- ☒ Descripción de la invención.
- ☒ Una o más reivindicaciones.
- ☒ Dibujos y/o planos necesarios
- ☐ De ser el caso, copia del contrato de acceso.
- ☐ De ser el caso, documento que acredite la licencia o autorización de uso de conocimientos tradicionales de las comunidades indígenas.
- ☐ De ser el caso, certificado de depósito del material biológico
- ☒ Arte final 12x12. NO

11

FIGURA CARACTERÍSTICA:



12

NOMBRE:

MAURICIO JARAMILLO

FIRMA:

C.C. 80421942

T.P. 74555

Instrucciones para la presentación de los anexos, ver reverso de esta página.

CÓMO PRESENTAR LOS ANEXOS

10. **Dibujos, planos y figuras.** Los dibujos, planos, figuras y representaciones gráficas tienen como finalidad contribuir a una mejor comprensión y divulgación de la invención, por lo tanto deberán tener ciertas características:

- a) Deben tener una relación directa con la descripción.
- b) Deben permitir visualizar las formas de ejecución descritas.
- c) La relación entre la descripción y los dibujos se debe hacer por medio de signos de referencia que se encuentren en ambos elementos y guarden una correspondencia.
- d) Si dentro de la descripción han sido mencionadas algunas figuras necesariamente deben ser incluidas.
- e) No deben incluirse figuras o dibujos que no se encuentran descritos.
- f) No deben ser realizados a mano alzada.
- g) No deben aparecer símbolos o números no mencionados en la descripción.
- h) No deben incluir textos o letreros.

Los diagramas esquemáticos y de flujo así como las fórmulas químicas o matemáticas que no sean mecanografiadas o impresas dentro del texto de la descripción, se consideran dibujos.

Las gráficas, figuras y dibujos de que trata la Decisión 486, deberán ser elaboradas siguiendo las reglas del dibujo técnico con tinta negra indeleble, numeradas individual y consecutivamente, y presentadas exclusivamente en papel tamaño oficio por una sola cara, sin la inclusión de marcos en su contorno.

Unidad de invención. Cuando un grupo de invenciones es reivindicado en una misma solicitud, el requisito de unidad de invención de conformidad con el artículo 25 de la Decisión 486, se cumplirá sólo si existe entre estas invenciones una relación técnica especial que contribuye a enlazar como un todo el objeto de la invención, con características que sólo pueden ser obtenidas en su conjunto.

Descripción. Para que la descripción divulgue la invención de manera clara y completa para su comprensión deben utilizarse términos técnicos reconocidos en el ámbito técnico correspondiente, si son términos técnicos poco conocidos se deben definir correctamente.

En la descripción no será adecuado el uso de nombres propios o marcas registradas o similares para designar productos.

Solicitudes biotecnológicas. En relación con las solicitudes de patentes en áreas biotecnológicas que se refieren a secuencias de nucleótidos o aminoácidos, la solicitud debe contener una lista de éstas, la cual debe presentarse de manera separada a la descripción y llevar el título "LISTADO DE SECUENCIAS". A cada secuencia divulgada se le asignará un número de identificación descrito como "SEQ ID NO." (Estándares de presentación de listados de secuencias de aminoácidos. Circular PCT 633/PCIP2314, Noviembre 12 de 1997 OMPI). El número de secuencias deberá indicarse en el listado.

En la descripción y en las reivindicaciones, las secuencias se indicarán por su número de identificación.

Las secuencias corresponderán a una secuencia de nucleótidos, una secuencia de aminoácidos o una secuencia de nucleótidos junto con su correspondiente secuencia de aminoácidos según sea el objeto de la invención.

Capítulo Reivindicatorio. Las reivindicaciones deben ir numeradas consecutivamente en números arábigos. Para mayor claridad, las reivindicaciones deben constar de dos partes: Un preámbulo y una parte característica. El preámbulo define el objeto de la invención y sus características técnicas, indicando aquello que forma parte del estado de la técnica. La segunda parte, se refiere a las características técnicas del producto o procedimiento que se desea proteger y debe ir precedida de la expresión "caracterizada por" u otra similar.

Una reivindicación independiente debe contener todas las características esenciales de la invención. Toda reivindicación independiente puede ir seguida de una o más reivindicaciones dependientes que hagan referencia a los modos concretos de realización de la invención.

Una reivindicación dependiente contiene todos los elementos de la reivindicación de la que depende y debe hacer referencia a dicha reivindicación y precisar a continuación las características técnicas adicionales que se quieren proteger.

Aun cuando las reivindicaciones deben ser congruentes con la descripción, no es adecuado hacer referencias a la descripción y a los dibujos, si los hubiere, a menos que sea absolutamente necesario. No obstante, con el fin de dar claridad a las reivindicaciones las referencias de los dibujos deberán ir entre paréntesis.

Con el fin de definir la materia que se desea proteger mediante la patente, las reivindicaciones deben ser claras y concisas, no deben definir la invención mediante los resultados que se quieren obtener, y no deberán contener expresiones ajenas al propósito de fijar las limitaciones del privilegio que se desea obtener, ni opiniones personales de tipo comparativo tales como "más ventajoso que" o "más económico que".

Cuando la invención sea un producto químico debe definirse por su fórmula química.

11. **Figura Característica:** Para efecto de la publicación, los dibujos que sean necesarios deberán presentarse en dos ejemplares de tamaño de 12x12 cm., cumpliendo con las condiciones para ser reproducidos por medio de scanner o ser digitalizados para su correspondiente publicación.

ARAGONITO PRECIPITADO Y UN PROCESO PARA PRODUCIRLO

AREA

El invento en mención se refiere a una forma original de un particular carbonato de calcio precipitado, y especialmente una forma original de aragonito precipitado, y un proceso original para producirlo.

ANTECEDENTES DEL INVENTO.

Se conocen distintas formas para la producción de carbonato de calcio, que encuentra su uso como material engrosante, como relleno, como un extensor, y por sobre todo como un pigmento, en variedad de industrias como la farmacéutica, agroquímica, plásticos, adhesivos, imprenta, revestimiento (pintura), papel, cauchos y en filtraciones. Para tales propósitos debe usarse carbonato de calcio base (GCC) o carbonato de calcio precipitado (PCC). En general, el PCC posee ventajas sobre GCC, en que es más económico de producir y su composición exacta, o pureza, puede ser controlada en forma más estricta.

El proceso químico más frecuentemente usado para producir PCC se basa en la carbonación de suspensiones acuosas de hidróxido de calcio (también conocido como "leche de cal" o "cal apagada", con gas de dióxido de carbono, que contiene gas. Este proceso origina un carbonato de calcio relativamente puro y es un proceso preferido, pues no existen serios problemas de contaminación del producto con sales no deseadas y lo que es más, puede ser controlada a fin de ajustar las propiedades del producto final. Por tanto el producto se basa ante todo en cuatro etapas: primero, la calcinación de piedra caliza pura a fin de producir óxido de calcio o "cal viva" y gas de dióxido de carbono o dióxido de carbono que contiene gas; en segundo lugar, al "apagar" la cal viva con agua produce una suspensión acuosa de hidróxido de calcio; en tercer lugar, la carbonación del hidróxido de calcio con gas de un dióxido de carbono o un dióxido de carbono conteniendo gas; y finalmente operaciones tales como desaguado, secado, desaglomeración, pulverizado, tratamiento de superficie, revestimiento de superficie, mezcla con otros minerales (por ejemplo, dióxido de titanio, talco,

caolín, GCC, PCC -incluyendo a PCC de aragonito) y teñido, lo cual permite la optimización de las propiedades de las partículas de carbonato de calcio precipitado a fin de que sean adaptados a su uso destinado.

El carbonato de calcio puede ser precipitado de mezclas o soluciones acuosas de hidróxido de calcio en distintas formas cristalográficas (polimorfos): la forma vaterite que es inestable termodinámicamente, la forma aragonita que es meta estable bajo condiciones ambientales normales de temperatura y presión, y la forma calcita que es la más estable y la más abundante en la naturaleza. Estas formas de carbonato de calcio pueden ser preparadas por carbonización de cal apagada, en variaciones adecuadas de las condiciones del proceso.

La forma calcita es fácil de producir a escala industrial, como las partículas carbonatadas de calcio precipitado. Ésta existe en formas distintas, de las que las más comunes son de la forma romboédrica y la forma escalenoédrica.

El aragonito forma cristales que tienen la proporción de longitud/ ancho (de aquí en adelante – "proporción de aspecto") en el campo entre $>1:1$ y $100:1$ de lo cual la proporción típica del aspecto es 10, en el caso que el aragonito forme agujas largas y delgadas. De ahí que, el aragonito que tiene una proporción de aspecto elevado podría ser denotado de aquí en adelante – "aragonita acicular" o "aragonita en forma de aguja". La producción de aragonito es el proceso lento y es muy difícil de controlar a escala industrial.

Las cargas de partículas PCC son utilizadas como, materiales espesativos, rellenos y extensores, y sobre todo los pigmentos económicos. Este último indica que la propiedad particularmente deseable de este material de características dispersantes de luz, a fin de poder impartir opacidad y brillo a los productos que lo contienen. Dichas cargas características optimizaron, cuando las partículas del pigmento que están dispersas, en forma muy efectiva y están apartadas por una distancia promedio en los campos entre $0,2\ \mu\text{m}$ y $0,4\ \mu\text{m}$ en sus productos finales y sus tamaños de distribución en los campos entre $0,2\ \mu\text{m}$ y $0,4\ \mu\text{m}$; es decir, en el campo la mitad de la onda corta de la luz visible. Esto significa que la producción del PCC debe ser ajustada a fin de producir partículas pequeñas a fin de evitar costosas operaciones de reducción de tamaño de partículas para afrontar los costosos problemas de desaguado y secado del producto, o alternativamente, el

proceso debe ser ajustado a producir partículas grandes, el efecto subsiguiente y las operaciones de pulverizado. En ambos casos, los costos de producción de carbonato de calcio precipitado de grados pigmentarios podrían ser duplicados o triplicados a raíz de estos inevitables pasos.

Los pigmentos dispersantes de luz alta normalmente disponibles a las industrias mencionadas anteriormente incluyen partículas de dióxido de titanio, las cuales son muy efectivas para esparcir la luz debido a sus índices refractarios relativamente altos (2,76; para la forma rutilo) y su distribución de tamaño de partícula meticulosamente controlada cuyo punto medio se encuentra en el rango de 0,2 μm y 0,4 μm . Sin embargo, este producto es de una alta gravedad específica ($\sim 4,0\text{g/cm}^3$), de un área alta de superficie debido a sus partículas pequeñas, y sobre todo es relativamente costoso. Las partículas finas de caolín también son utilizadas como pigmento, pero este producto que tiene un índice refractor mucho más bajo (1,56), es de limitada blancura y es relativamente caro. El carbonato de calcio particular es el pigmento ideal menos caro y podría reemplazar mucho más de los pigmentos de dióxido de titanio y caolín en sus respectivas aplicaciones actuales, si se preparase en una forma que haya mejorado las propiedades dispersantes de luz.

Los pigmentos de carbonato de calcio son parcialmente producidos al pulverizar rocas naturales en bruto y en parte por el proceso de precipitación. De las partículas de carbonato de calcio precipitado, se considera a un aragonito precipitado particular como el más efectivo pigmento de carbonato de calcio dispersor de la luz, de los que índices refractarios son 1,530, 1,681 y 1,685, dependiendo de sus propiedades cristalográficas, su gravedad específica se encuentra por encima de los $2,5\text{g/cm}^3$, y es el más adecuado para las mismas aplicaciones. Sin embargo, su índice de producción es característicamente muy lento y sus condiciones de producción resultan muy difíciles de controlar industrialmente.

En tanto que la mayoría de referencias, mencionadas a continuación, se refieren a la tecnología para producir un aragonito precipitado particular, algunas de las referencias han sido incluidas a fin de presentar mejor el estado de la producción de PCC en forma más general, incluyendo además operaciones las que podrían ser comunes a todos estos procesos y también al invento presente.

2

1. La Patente Americana No. 2.081.112 (N. Statham et al.) describe un Proceso para producir Carbonato de Calcio precipitado al carbonatar leche de cal con dióxido de carbono que contiene gas, en donde la temperatura en el absorbente de gas es mantenida a 50°C - 60°C, preferiblemente alrededor de los 55°C. Se entiende que, cuanto más violenta sea la agitación en el absorbente de gas, el producto será mayor; el objetivo es crear un vapor fino de mezcla de hidróxido de calcio.

2. La Patente Americana No. 2.964.382 (G. E. Hall, Jr.) describe la Producción de Carbonato de Calcio precipitado por distintas rutas químicas, en las que los iones de calcio son contactados con iones carbonatados en una zona de precipitación, el proceso incluye la carbonación de la leche de cal con el gas de dióxido de carbono. Se utiliza un agitador alto de amazon o rotor a fin de proveer turbulencia al rotar en velocidad periférica de por lo menos 1160 pies por minuto (589 cm/s) en la zona de precipitación. Esta patente también ilustra que es preferible operar el proceso en valores pH de por lo menos 8,5 y ésta a temperaturas por encima de los 60°C, las partículas de aragonito precipitado en forma de aguja están formados, los que, sin embargo producen un efecto de propiedad fluido adverso.

3. La Patente Americana No. 3.320.026 (W. F. Waldeck) describe la Producción de formas distintas de Carbonato de Calcio precipitado.

4. La Patente Americana No. 941.900 (asignada a Kaiser Aluminium & Chemical Corporation) describe la Producción de partículas de aragonito precipitado, para uso como ayuda de filtro, al reaccionar continuamente solución de carbonato de sodio y una mezcla acuosa de hidróxido de calcio a temperaturas más altas de los 60°C en un sistema de etapas múltiples. El producto y la solución se retiran en la etapa tercera desde la base del reactor, luego el producto es separado de la solución y parte de los cristales son reciclados a las etapas distintas del proceso como semillas para una precipitación de las partículas de aragonito precipitado.

5. La Patente Americana No. 3.689.620 (M. C. Bennett et al.) describe Un Proceso continuo para la producción de un aragonito precipitado particular al carbonatar una mezcla de hidróxido de calcio acuosa en soluciones sucrosas. Sin embargo, debido al costo de la sucrosa, la solución tuvo que ser reciclada y los

materiales nocivos se removieron por resina de intercambio de aniones. El promedio preferido de temperatura era entre 60°C y 90°C; los valores pH se encontraban entre 7 y 9; y la concentración del hidróxido de calcio era bastante bajo - en el orden entre 1/2 y 1/20 molar.

6. La Patente Americana No. 4.018.877 (R. D. A. Woode) describe la carbonación de la mezcla de hidróxido de calcio, en donde un agente complejo para el Ca^{++} se añade a la suspensión en el absorbente de gas, después de la etapa de nucleación primaria del carbonato de calcio y antes de la finalización de la etapa de carbonación, el agente complejo existente por ejemplo ácido cítrico, ácido tetracético etilenodiamina (EDTA), ácido aminotriacético, ácido aminodiacético o ácido hidroxipolycarboxílico. Opcionalmente, se pueden añadir ácidos grasos de cadena larga o sus sales, preferiblemente después de la etapa final de carbonación.

7. La Patente Americana No. 4.157.379 (J. Arika et al.) describe la Producción de un Carbonato de Calcio precipitado de cadena estructurada por la carbonación de hidróxido de calcio suspendido en agua en presencia de agentes quelatados tales como los ácidos carboxílicos alifáticos y sales metálicas solubles en agua.

8. La Patente Americana No. 4.244.933 (H. Shibasaki et al.) describe un Proceso en etapas múltiples para producir aragonito precipitado particular, utilizando una mezcla de hidróxido de calcio acuosa y gas de dióxido de carbono que contiene gas, en presencia de ácidos fosfóricos y sales solubles en agua del mismo.

9. La Patente Americana No. 4.420.341 (T. H. Ferrigno) describe una superficie de rellenos inorgánicos (incluyendo el carbonato de calcio) modificado con ácidos carboxílicos, antioxidantes y agentes líquidos no reactivos de alta ebullición.

10. La Publicación de Patente JP No. 63.260.815 (H. Shibata et al.) describe la Producción de Aragonito precipitado particular, al reaccionar gas de dióxido de carbono con una mezcla de hidróxido de calcio acuosa en presencia de ácido fosfórico, un compuesto de ácido fosfórico, un compuesto de bario y un compuesto de estroncio.

11. La Patente JP No. 1.261.225 (H. Shibata et al.) describe una Reacción de gas de dióxido de carbono con una mezcla de hidróxido de calcio acuosa a fin de producir aragonito precipitado particular, que se ha establecido para mejorar las propiedades en comparación con la calcita precipitada particular.

12. La Patente Americana No. 4.824.654 (Y. Ota et al.) describe un Proceso para producir aragonito precipitado particular en forma de aguja (5 - 100 μm), en el que una solución de hidróxido de calcio acuosa relativamente diluida (0,04 - 0,17 wt.%) y gas de dióxido de carbono o gas que contiene dióxido de carbono, son reaccionados juntos a una temperatura de no menos de 60°C, en una forma continua o semi-continua (intermitente).

13. La Patente Americana No. 5.043.017 (J. D. Passaratti) describe un Proceso para producir partículas precipitadas de carbonato de calcio de ácido estabilizado.

14. La Patente Americana No. 5.164.172 (H. Katayama et al.) describe un Proceso para producir un aragonito precipitado particular, en que una combinación de mezcla de hidróxido de calcio acuosa, partículas de carbonato calcio de aragonito y un compuesto de ácido fosfórico soluble en agua son premezclados previamente a la adición del gas de dióxido de carbono.

15. La Patente Americana No. 5.342.600 (I. S. Bleakley et al.) describe un Proceso de Carbonato de calcio precipitado particular, en que las mezclas de hidróxido de calcio acuosa de concentraciones variadas son reaccionadas con gas que contiene dióxido de carbono bajo una velocidad de mezcla controlada. Se recomienda, en ella preparar la suspensión acuosa de hidróxido de calcio bajo combinación de alta cortadura y subsiguientemente bajar la energía y agitación del corte en la combinación de la reacción en que se forman las partículas precipitadas de carbonato de calcio.

16. La Patente Americana No. 5.376.343 (P. M. Fouche) describe un Proceso para producir formas variadas de PCC particular. En el caso de aragonito, una combinación de solución de hidróxido de calcio acuosa bastante diluida y una fuente soluble en agua de aniones específicos (por ejemplo nitrato de amonio) son premezclados previos a la adición del gas CO_2 .

17. La Patente Americana No. 5.380.361 (R. A. Gill) describe inter alia partículas de carbonato de calcio cubiertos con sales ácidas grasas C12-C22.

18. La Patente Americana No. 5.593.489 (K-T. Wu) describe un Proceso para producir partículas de carbonato de calcio resistentes al ácido para fabricar papel ácido de neutral a frágil.

19. La Patente Americana No. 5.833.747 (I. S. Bleakley et al.) describe un Proceso para producir aragonito precipitado particular, en cuya mezcla de hidróxido de calcio acuosa (148g Ca(OH)_2 por litro de suspensión) se reacciona con dióxido de carbono en un índice excepcionalmente lento de 0,0026 moléculas por minuto por molécula de Ca(OH)_2 en una operación grupal.

20. El WO 9.852.870 (B. Jackson et al.) describe un Proceso comercial de etapas múltiples para producir un aragonito precipitado particular, utilizando partículas de aragonito precipitado en forma de grano como material de semilla. Aunque el proceso es considerado industrialmente aplicable, es bastante lento y por tanto de valor económico muy limitado.

21. La Patente Americana No. 5.846.500 (J. W. Bunger et al.) describe un Proceso para producir aragonito precipitado particular, en cuya solución de hidróxido de calcio acuosa se reacciona con gas CO_2 en un sistema de reacción de fluido de tapón.

22. La Patente Americana No. 5.846.382 (A. von Raven) describe un Proceso para producir rellenos y pigmentos inorgánicos, incluyendo carbonato de calcio particular, de blancura mejorada, brillo y cromaticidad.

23. La Patente Americana No. 5.861.209 (W. J. Haskins et al.) describe un Proceso para producir un aragonito precipitado, para imprimir, en cuya mezcla acuosa de hidróxido de calcio primero se mezcla con partículas de aragonito precipitado para semillas y luego es reaccionado en forma lenta con gas de dióxido de carbono en una operación grupal. Después de desaguar el producto a un bloque que contiene un 70% de los sólidos, se mezcla con un dispersante típico, por ejemplo poliacrilato de sodio, y es adicionalmente dispersado. Esta

patente revela el uso de combinaciones de aragonito precipitado particular, con TiO_2 y otro rellenos inorgánicos, pigmentos y dilatante de llama.

24. La Patente Americana No. 5.939.036 (A. L. Porter et al.) describe un Proceso para producir aragonito precipitado particular, en cuya combinación acuosa de compuestos orgánicos y ácidos (ejemplo etanolamina y HCl) son utilizados para disolver CaO impuro y formar una combinación de hidróxido de calcio, la cual es tratada con gas de dióxido de carbono para producir variadas formas de PCC, dependiendo de la temperatura. Al controlar la temperatura de la carbonación en alrededor de 95°C se conduce a la aragonita.

25. La Patente Americana No. 6.022.517 y la Patente Americana No. 6.071.336 (G. H. Fairchild et al.) describe un Proceso para producir combinaciones de calcita acicular precipitada y partículas aragonitas aciculares en la proporción de 75:25 a 25:75, al reaccionar gas de dióxido de carbono o un gas que contiene dióxido de carbono y un hidróxido de calcio acuoso en presencia de compuesto de aluminio soluble en agua, al controlar la conductividad específica en un orden del $> 4,0$ y hasta cerca del $7,0$, milliSiemens/cm, en una temperatura de reacción de 25°C - 60°C

26. El Manual Pigment (Vols. I-III; Editado por T. C. Patton; John Wiley & Sons, New York (1973)) describe las propiedades, los procesos de producción y usos diversos del pigmento de carbonato de calcio aragonito (c.f. Vol. I; Páginas 119-128), así como de aquellos otros pigmentos que compitan en el mismo mercado como el dióxido de titanio, caolín, GCC, etc. La discusión en relación a la influencia de la porosidad de la película en el poder oculto o la opacidad de una película cobertura (c.f. Vol. III; Páginas 203-217 y especialmente en la Página 212) puede ayudar a entender algunos aspectos del invento actual.

Los contenidos totales de la literatura anteriormente mencionada, que incluye patentes y publicaciones, son incorporados en el mismo por referencia. Es evidente que de acuerdo a su estado que los procesos conocidos para la producción industrial de aragonita precipitada particular substancialmente pura (>90 partes de aragonita: <10 partes de calcita), al reaccionar mezclas de hidróxido de calcio acuosas con gas de dióxido de carbono o con gas de dióxido de carbono

que contiene gas, se manifiestan graves retrocesos que afectan la finalidad y el costo del producto final, como sigue:

A. Algunos de los procesos para producir aragonito precipitado particular son conducidas en soluciones acuosas de concentraciones extremadamente escasas de hidróxido de calcio. En algunos casos, se especifica que las soluciones limpias, que contiene menos de 1 wt.% de hidróxido de calcio, debe ser usado.

B. En aquellos procesos para producir aragonito precipitado particular, lo cual permite el uso de mezclas de hidróxido de calcio acuosas, los índices de producción son muy bajos y difíciles de controlar.

C. Para aumentar de alguna forma los índices de producción de los procesos de A y B, el arte previo recomienda semillas con partículas de aragonita producidas previamente. Sin embargo, esto complica los procesos de producción, especialmente de aquellos operados continuamente, y que son de otro modo de gran potencial comercial.

D. El desaguado del carbonato precipitado particular de calcio, y particularmente del aragonito precipitado particular, obtenido de acuerdo a la forma conocida da lugar a los bloques de filtro relativamente húmedos de los cuales el contenido de agua no es inferior al 30% y lo que por tanto requiere una etapa de secado subsiguiente muy costoso.

E. El carbonato de calcio precipitado particular, y particularmente del aragonito precipitado particular, del arte previo requiere operaciones de pulverizado extensas para optimizar su distribución de tamaño de partícula (PSD) a fin de reunir el PSD efectivo en un orden entre $0,2\mu\text{m}$ y $0,4\mu\text{m}$, mencionada anteriormente. Además, la operación de pulverizado tiende a contaminar el producto, debido a la rozadura de la media de pulverizado, a menos que sean utilizados materiales de construcción muy caros para este propósito.

F. El conocido carbonato precipitado de calcio particular, y particularmente aragonito precipitado particular, es de blancura ilimitada, principalmente debido a las impurezas altamente residuales en el stock de alimentación de CaCO_3/CaO ,

que es bastante difícil de remover totalmente, a escala industrial. Igualmente, la escasa blancura del producto es un factor limitante al escoger las fuentes adecuadas de las materias primas (CaCO_3/CaO).

G. El carbonato de calcio precipitado particular, y particularmente de aragonito precipitado particular, frecuentemente requiere de una o más etapas de tratamiento de post-producción, a fin de asegurar que la superficie de partículas sea hidrofóbica al cubrir con ácidos carboxílicos y ésteres adecuados de larga cadena y/u otros materiales tales como vaselinas de silicona, por ejemplo dispersión eficiente en medios hidrofóbicos tales como el jebe o plásticos, y/o asegurar la resistencia de ambientes ácidos para el uso por ejemplo en la industria del papel y en la industria del revestimiento.

H. Los esfuerzos en el arte previo para aumentar el índice refractor efectivo de carbonato de calcio precipitado particular, no han conseguido hasta el momento que sea un competidor serio al dióxido de titanio.

OBJETIVOS DE LA INVENCION.

En consecuencia, es objetivo del presente invento superar todos o la mayoría de los problemas enfrentados en el arte previo, tal como se mencionan en los párrafos A-H anteriores.

Es motivo del invento actual proporcionar carbonato de calcio precipitado en particular, y particularmente el aragonito precipitado como se menciona en los párrafos anteriores a través de un proceso que es mas eficiente y menos costoso que aquellos disponibles en el arte previo.

Constituye objetivo adicional del invento actual llevar a cabo un proceso más eficiente y menos caro como se establece en el párrafo anterior, utilizando fuentes de CaCO_3/CaO , que no son materias primas adecuadas como por ejemplo: rellenos, extensores y pigmentos, y para otras aplicaciones, en todas las cuales se requieren pigmentos de propiedades altamente ópticas y alto desarrollo, en donde los costos de producción sean reducidos.

Sin embargo, otro objetivo del presente invento es proporcionar un carbonato de calcio precipitado particular, y particularmente aragonito precipitado particular, de calidad superior a la anterior, en las que las partículas producidas sean tratadas in situ con un agente hidrofóbico a fin de evitar una etapa extra y para afinar sus propiedades a fin de cumplir los requerimientos de los productos del consumidor como los detergentes y los productos de limpieza, especialmente en las formas de polvos, pastas dentales, lociones protectoras del sol, productos farmacéuticos, agroquímicos, jabe, plásticos, coberturas (especialmente pinturas durables en ambientes acídicos), tintas e industrias del papel (especialmente producción del papel en medios acídicos débiles), un efecto de dicho tratamiento in situ resulta en los bajos costos de producción.

Sin embargo, otro objetivo del invento actual es llevar a cabo el proceso anteriormente mencionado más eficiente y menos costoso, en una forma que da lugar a bloques de filtro que son relativamente secos, por ejemplo no más de 20 wt.% de agua, inmediatamente después de la etapa de desaguado, y en consecuencia adicionalmente reduce costos de producción.

Otro objetivo del invento es llevar a cabo el proceso anteriormente mencionado más eficiente y menos costoso, de tal forma que el carbonato de calcio precipitado particular, y particularmente aragonita precipitada particular, no requiere, para la mayoría de aplicaciones, alguna operación de pulverizado, a excepción de los sistemas reguladores de mezcla los cuales son en todo caso usualmente instalado en las industrias anteriormente mencionadas, y por tanto adición la reducción de costos de producción.

Por sobre todo, es un objetivo del contrato proveer a un carbonato precipitado de calcio particular, y particularmente aragonito precipitado particular, de mejor calidad que en el arte previo, y sobre todo de mayor blancura, una gravedad específica inferior y un índice refractor efectivo más alto.

RESUMEN DEL INVENTO

Sorpresivamente se ha hallado de acuerdo con el invento actual, el carbonato de calcio precipitado particular, y particularmente carbonato de calcio de aragonito precipitado particular, que es caracterizado por su alta blancura, alto índice refractor efectivo, densidad baja en grandes cantidades (aparentemente (suelto) densidad mayor (L.B.D.) y densidad mayor captada (T.B:D.) y especialmente por su gravedad específica escasa (inferior a los $2,5 \text{ g/cm}^3$), puede ser producido, y que los objetivos anteriormente mencionados del invento actual pueden ser logrados, por un proceso que comprende reacciones de una mezcla de hidróxido de calcio acuosa con un gas seleccionado del dióxido de carbono y un gas que lo contenga, en donde los parámetros del proceso, incluyendo por ejemplo, por lo menos un agente activo preseleccionado, modos de operación, concentraciones de operación de materias primas, temperaturas de operación, orden de operación, PH y velocidades de mezcla de alto corte, son estrictamente controlados de tal forma que el producto deseado sea obtenido. En una específica incorporación, el lanzamiento del producto ocurre durante este proceso.

En consecuencia, el presente invento, proporciona un incorporación particular, un proceso para la producción de carbonato de calcio aragonito precipitado particularmente y el particular carbonato de calcio aragonito precipitado así producido, cuyo proceso comprende una reacción de mezcla de hidróxido de calcio acuosa con un gas seleccionado del grupo consistente de dióxido de carbono y un gas que lo contiene, donde los parámetros de dichos procesos por lo menos incluyen un agente activo preseleccionado, un modo de operación, concentraciones de operaciones de materia prima, temperatura de operación, velocidad de la mezcladora en la operación y operaciones PH, tales, por lo menos uno de los siguientes criterios (a), (b) y (c) cumplen:

- (a) la gravedad específica del producto después del secado por 12 horas a 120°C es $< 2,5 \text{ g/cm}^3$ y la gravedad específica de este producto seco después del encendido por 8 horas a 500°C es $< 2,5 \text{ g/cm}^3$.
- (b) la densidad mayor aparente (suelto) del producto después del secado por 12 horas a 120°C es $< 0,55 \text{ g/cm}^3$.

- (c) la densidad mayor captada (T.B.D.) del producto después del secado por 12 horas a 120°C es <0,70g/cm³.

Preferiblemente el producto cumple por lo menos con unos de los siguientes criterios:

- (a) Éste tiene una gravedad específica <2,3 g/cm³ después del secado a 120°C, y una gravedad específica <2,3 g/cm³ después del encendido por 8 horas a 500°C del producto thus-fried.
- (b) Este tiene un L.B.D. <0,50 g/cm³ después del secado a 120 °C por 12 horas.
- (c) Este tiene un T.B.D. <0,60g/cm³ después del secado a 120°C por 12 horas.

Mas allá de la incorporación del invento, existe un proceso proporcionado para la producción del carbonato de calcio de aragonito precipitado particular, y el particular carbonato de calcio aragonito particular así producido, cuyo proceso comprende la reacción de una mezcla de hidróxido de calcio acuosa con un gas seleccionado del grupo consistente de dióxido de carbono y un gas que lo contiene, donde lo parámetros de dichos procesos incluyen por lo menos un agente activo preseleccionado, modo de operación, concentraciones de operaciones de materias primas, temperaturas de operación, operación de velocidad de la mezcladora y operaciones PH, donde por lo menos dicho agente sea seleccionado del ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido dodecanoico, ácido tetra decanoico, ácido octadecanoico y ácido undecilenico, cuyas sales carboxylato, cuyos ácidos anhídridos, cuyos ésteres, cuyos halidos acilos y sus quetonas.

El proceso del invento para producir una aragonita precipitada particular de acuerdo con el invento, es en forma adicional preferiblemente caracterizado por lo menos uno, y preferiblemente todos, de las siguientes características: (a) el agente activo involucra por lo menos uno de los miembros seleccionados del grupo consistentes en ácidos carboxílicos de formula RCOOH, donde el grupo orgánico R (los cuales podrían ser por ejemplo un grupo alifático saturado o no saturado, tales como el grupo hidrocarbano que podría ser sustituido o no sustituido) contiene de 7-20 átomos de carbono, y sus sales carboxilatos,

ésteres, anhídridos, hálidos acilos, y sus quetonas (b) más específicamente, el agente activo comprende por lo menos un miembro seleccionado del grupo consistente de ácidos carboxílicos de fórmula $C_nH_{2n+1}COOH$, donde n es 8-17, y sus sales carboxilatos, ésteres, anhídridos, hálidos acilos y sus quetonas; (c) también, el agente activo comprende por lo menos un miembro seleccionado del grupo consistente de ácidos carboxílicos de fórmula $C_nH_{2n-1}COOH$, donde n es 8-17, y sus sales carboxilatos, ésteres, anhídridos, hálidos acilos, y sus quetonas; (d) más específicamente, el agente activo comprende por lo menos un miembro seleccionado del grupo consistente de ácidos carboxílicos de fórmula $CH_3(CH_2)_nCOOH$, donde n es 7-16, y sus sales carboxilatos, ésteres, anhídridos, hálidos acilos y sus quetonas de fórmula $CH_3(CH_2)_nC=O$; (e) la concentración del agente activo se encuentra dentro del orden de entre 0,2 wt.% y 10 wt.%, calculado como $RCOOH$ y basado en el peso del carbonato de calcio; (f) la mezcla contiene hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden del 3 al 30 wt.%, más preferiblemente de 4 a 20 wt.%; (g) el producto es producido en un pH entre 8 y 11, preferiblemente entre 9 y 10; (h) el proceso se efectúa en una temperatura del orden entre los 60°C, preferiblemente entre los 80°C, y la temperatura de ebullición de la combinación de la reacción; (i) el proceso se realiza ya sea en un modo de operación semi-continua (intermitente), modo de operación, o más preferiblemente de forma continua;. (j) el proceso se realiza bajo una combinación de alto corte por ejemplo con un mezclador que involucra una armazón/rotor o un rotor únicamente, la velocidad periférica del motor (punta) será de preferentemente de por los menos 5 m/seg. Dentro de una incorporación específica, el proceso se realiza en un modo continuo de operación bajo combinación de alto corte combinando con un velocidad periférica del mezclador (punta) que involucra un rotor/ armazón o un rotor únicamente, en una temperatura del orden entre 90°C y la temperatura de ebullición de la combinación del agente activo – preferiblemente presente en una cantidad del orden entre 0,2% y 10wt% estimado sobre el peso del carbonato de calcio – que es seleccionado de los ácidos carboxílicos y sus sales de calcio, y la mezcla contiene hidróxido de calcio en una concentración en el orden del 5 a 15 wt.%, el agente activo es preferentemente premezclado con la mezcla del hidróxido de calcio previa a la reacción del dióxido de carbono.

El invento actual también proporciona una novedosa sustancia química – que resulta por supuesto asequible con el proceso actual, un aragonito precipitado particular, que tiene una gravedad específica de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ (preferiblemente $<2,3$

g/cm³, más preferentemente <2,0 g/cm³, incluso más preferentemente <1,5 g/cm³) después de secado en 120°C, y una gravedad específica <2,5 g/cm³ (preferiblemente <2,3 g/cm³, incluso más preferentemente <2,1 g/cm³) después del encendido por 8 hr en 500°C. En una incorporación específica, el producto tiene una gravedad específica de 2,3 g/cm³ después de secado en 120°C, y una gravedad específica de <2,3 g/cm³ después del encendido por 8 hr en 500°C y en otra incorporación específica, el producto tiene una gravedad específica de <2,1 g/cm³ después de secado en 120°C, y una gravedad específica de <2,1 g/cm³ después del encendido durante 8 hr en 500°C.

Un producto así de típico podría ser caracterizado en por lo menos una de las siguientes características: contiene las mencionadas sales de calcio de ácido carboxílico en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.%, estimado como CH₃(CH₂)_nCOOH y en base al peso del carbonato de calcio; este tiene una gravedad específica de <2,2 g/cm³, preferiblemente de <2,0 g/cm³, más preferiblemente de <1,8 g/cm³, e incluso más preferiblemente de <1,5 g/cm³; un producto previamente secado en 120°C por 12 hr tiene una pérdida en el secado de 300°C durante 8 hr de alrededor de <10% wt %, en base al peso del carbonato de calcio; un producto previamente secado en 120°C durante 12 hr tiene un encendido de 500°C durante 8 hr de alrededor de <10% wt.%, en base al peso del carbonato de calcio; después del secado en 120°C durante 12 hr, y/o secado durante 8 hr en 300°C, y/o de combustible por 8 hr en 500°C, esto tiene una gravedad específica de < 2,5 g/cm³; después del secado en 120°C durante 12 hr, y/o secado durante 8 hr en 300°C, y/o combustible durante 8 hr a 500°C. El producto es además caracterizado por su densidad baja en grandes cantidades y en particular una aparente densidad en cantidades (suelto) debajo del 0,55 (preferiblemente <0,50, más preferible <0,45) g/cm³ y una densidad de cantidad mayor captada debajo de 0,70 (preferiblemente <0,60, más preferible <0,55) g/cm³.

En otro aspecto, el presente invento provee un araganito precipitado particular que contiene por lo menos una sal cálcica de ácidos carboxílicos seleccionados de la fórmula general: C_nH_{2n+1}COOH, en donde n = 8-17, en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.%, estimada como C_nH_{2n+1}COOH y en base al peso del carbonato de calcio, y que tiene (A) una gravedad específica de <2,5 g/cm³ después de secado

durante 12 hr a 120°C, y/o (B) una gravedad específica de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante 8 hr a 500°C del producto secado, preferentemente en (A).

En otro aspecto, el invento actual proporciona un aragonito precipitado particular que contiene por lo menos una sal cálcica de ácidos carboxílicos seleccionados de la formula general: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$, en donde $n = 7-16$, en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.%, estimado como $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$ y en base al peso del carbonato de calcio, y que tiene (A) una gravedad específica de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ después del secado durante 12 hr a 120°C, y/o (B) una gravedad específica de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante 8 hr a 500°C del producto secado, preferentemente en (A).

En aún otro aspecto, el invento actual proporciona un aragonito precipitado particular que contiene por lo menos una sal cálcica de ácidos carboxílicos seleccionada de ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido dodecanoico, ácido tetradecanoico, ácido octadecanoico y ácido undeciclénico en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.% estimado como $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$ y en base al peso del carbonato de calcio, y que tiene (A) una gravedad específica de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ después de secado durante 12 hr a 120°C, y/o (B) una gravedad específica de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante 8 hr a 500°C del producto secado, preferentemente en (A).

El producto del invento actual puede ser utilizado como un constructor, un material antibloque, un encapsulante, un absorbente, un material de engrosamiento, un protector del sol, un relleno, un extensor y en forma particular como un pigmento para el detergente, productos farmacéuticos, agroquímicos, plásticos, adhesivos, imprenta, cobertura (pintura), papel, jebe, filtración, productos de higiene y muchas otras industrias. De ahí que, de acuerdo con aspectos adicionales del invento actual se proporciona una composición de cobertura, una composición de papel, una composición plástica, una composición de jebe, una composición absorbente, una composición de detergente en polvo, una composición farmacéutica, una composición agroquímica, una composición de sabor, una composición de fragancia y una composición de protector del sol, cada una involucra un aragonito precipitado particular de acuerdo con el invento. Para dicho propósito, tales composiciones podrían involucrar, por ejemplo aragonito

precipitado particular sustancialmente seco, o aragonito precipitado particular en dispersión acuosa.

El PCC del presente invento puede ser utilizado en la mayoría de los productos (consumidor) que el arte previo del carbonato de calcio particular es usado (y posiblemente en todos ellos). Sin embargo, el PCC del invento actual mostrará sus ventajas y propiedades únicas cuando estos productos (consumidor) sean producidos y/o sean utilizados bajo condiciones que exploten su naturaleza porosa como un absorbente para líquidos (por ejemplo en polvos o detergentes en polvo, en productos farmacéuticos, agroquímicos y en varios productos domésticos como alimentos y formulas de alimentación. También, como un agente encapsulante para sabores y fragancias, productos farmacéuticos y agroquímicos) y/o un agente antibloque (e.g en polvos o detergentes en polvo, en productos farmacéuticos agroquímicos y en productos domésticos como alimentos y formulas de alimentación) como un componente "light" (liviano) para reducir la densidad de peso de los productos (por ejemplo, cuando es utilizado como relleno y/o constructor en polvos o detergentes en polvo), como material engrosante (por ejemplo, en gomas, sellantes, adhesivos, coberturas(pinturas), y en papel), como relleno, como un extensor y, particularmente, como un pigmento (por ejemplo en fórmulas de protectores solares, plásticos, adhesivos, imprenta (tintas), coberturas (pinturas), papel (especialmente fórmulas para papel de cobertura, y particularmente para productos de papel de alto brillo), jebe, filtración y muchos otros).

DESCRIPCION BREVE DE LAS FIGURAS.

La Figura 1 muestra una hoja esquemática para la producción de carbonato de calcio precipitado particular de acuerdo al arte previo.

La Figura 2 muestra una hoja esquemática para la producción de aragonito precipitado particular de acuerdo con una incorporación del invento actual.

La Figura 3 muestra una sección esquemática vertical, una celda de reacción/flotación para la producción de aragonito precipitado particular de acuerdo con una incorporación del invento actual.

REG P 12323

La Figura 4 muestra un dibujo SEM de un aragonito precipitado particular sustancialmente puro de acuerdo con una incorporación del invento actual.

La Figura 5 muestra un espectro XRD de un aragonito precipitado particular sustancialmente puro de acuerdo con una incorporación del invento actual.

La Figura 6 muestra un dibujo SEM de ARP-76, un aragonito precipitado particular sustancialmente puro de acuerdo con una incorporación del invento actual.

La Figura 7 muestra un espectro XRD de ARP 76, un aragonito precipitado particular sustancialmente puro de acuerdo con una incorporación del invento actual.

La Figura 8 muestra un dibujo SEM ARP-70, una combinación de ~50% de un aragonito precipitado particular y ~50% de calcita precipitada particular, de acuerdo con una incorporación del invento actual.

La Figura 9 muestra un espectro XRD de ARP-70, una combinación de ~50% de aragonito precipitado particular y ~50% de calcita precipitada particular de acuerdo con una incorporación del invento actual.

DESCRIPCION DETALLADA DEL INVENTO.

En el proceso del invento actual, una mezcla de hidróxido de calcio en agua y gas de dióxido de carbono o dióxido de carbono que contiene gas es reaccionado junto en la presencia del agente activo bajo las condiciones astringentes de proceso, para generar un aragonito precipitado particular que tenga propiedades únicas.

El producto del invento actual se caracteriza por bajo costo de producción y por sus propiedades físicas únicas (alta blancura, índice refractor de alta efectividad ($<2,5\text{g/cm}^3$)) al menos una de y preferentemente todos de bajo L.B.D. ($<0,55\text{g/cm}^3$), bajo T.B.D. ($<0,70\text{g/cm}^3$) y gravedad específica baja ($<2,5\text{g/cm}^3$), y por sus excelentes propiedades químicas (hidrofobicidad y ácidos débiles), lo que se vuelve particularmente adecuado con un absorbente de líquidos, un material

antibloque, un material engrosante, un constructor, un relleno, un extensor y la mayoría de todos como un pigmento para la impresión, cobertura (pintura), papel, jebe, plásticos, filtración, adhesivos, sellantes, productos farmacéuticos, agroquímicos, alimentación, alimentos, detergentes y muchas otras industrias.

Como se establece anteriormente, la Figura 1 muestra una hoja de producción de carbonato de calcio precipitado particular de acuerdo al arte previo. En contraste, a fin de definir las condiciones más adecuadas para operar la etapa de carbonación del invento actual, se menciona posteriormente una descripción detallada de parámetros para el proceso actual. Estos también incluyen algunos detalles de como operar las etapas mayores y menores de la etapa de carbonación, pues estos afectan el resultado final (ver Figuras 2 y 3).

En la Figura 1, la cual es una representación esquemática de un procedimiento de arte previo para hacer un carbonato de calcio precipitado, cal viva (CaO) y agua, que reaccionan juntos dando lugar a cal apagada, son alimentadas a un reactor 20 vía conductos respectivos 1 y 2, y aditivos opcionales tales como las partículas de carbonato de calcio aragonito para semillas, ácidos fosfóricos y sales, sales de aluminio, óxidos e hidróxidos (distintos a $\text{CaO}/\text{Ca}(\text{OH})_2$), agentes quelatados, dispersantes, y agentes activos de superficie, podrían también ser añadidos en esta etapa a través del conducto 3. El producto inicial "leche de cal" (hidróxido de carbono) es alimentado vía filtro o hidrociclón 4 (grandes partículas sólidas que son retiradas en 12) dentro del carbonador 22, al cual también hay alimentado dióxido gaseoso de carbono (o un gas que lo contenga) vía conducto 5 y los aditivos opcionales anteriormente mencionados vía conducto 6. El producto de la reacción incluye cualquier salida de contaminantes de carbonador 22 como un conducto 7 de una vía de corriente subterránea y/o un conducto 8 de una vía de desborde, a operaciones adicionales (en el lugar 24) tales como el desaguado, pulverizado y cobertura; para dichas operaciones adicionales podría ser añadido opcionalmente vía conducto 9, por ejemplo dispersante, agentes activos de superficie, grasas, grasas siliconas, ácidos carboxílicos de cadena larga y sus sales y ésteres, pigmentos orgánicos e inorgánicos, metales en polvo, carbón, carbono negro o carbono activado, y/o agentes de tñido. Los vapores filtrados y de agua salen del sistema vía conductos 10, en tanto que el producto final (que puede ser húmedo o seco y opcionalmente post-tratado) salen por el conducto 11.

En la Figura 2, la cual constituye una representación esquemática de un procedimiento para hacer un aragonito precipitado particular de acuerdo con una incorporación del invento actual, cal viva (CaO) y agua que son reaccionados juntos dando lugar a cal apagada son alimentados al reactor 30 vía los conductos respectivos 1 y 2, y el agente activo presente (y opcionalmente también los aditivos tales como los ácidos y sales fosfóricos, agentes queletados, dispersantes y agentes activos de superficie) podrían ser añadidos a esta etapa vía conducto 13. El producto inicial "leche de cal" (hidróxido de calcio) junto con el agente activo si se añade a 30 (y aditivos opcionales) sea alimentadas vía filtro hidrociclón 14 (grandes partículas sólidas que son removidas en 12) en carbonador 32, a los que también hay dióxido de carbono gaseoso (o un gas que lo contiene) vía conducto 5 y el agente activo (y posiblemente los aditivos opcionales antes mencionados) vía conducto 16. Será apreciado que el agente activo podría ser añadido ya sea al reactor 30 o a un carbonador 32, o a ambos. Los contaminantes y el carbonador 32 de salida líquida como una vía de corriente subterránea, en tanto que – debido al hecho de que una incorporación del proceso actual incluye una flotación simultánea – el producto deseado sale como un conducto 18 de vía de desborde, a operaciones adicionales (en el lugar 34) tales como desaguado, pulverizado y cobertura; para tales operaciones adicionales podrían ser añadidos opcionalmente vía conducto 19, por ejemplo dispersantes, agentes activos de superficie, vaselinas, grasas de silicona, ácidos carboxílicos de cadena larga y sus sales (incluyendo si se desea aquellas dentro de las definiciones de agentes activos presentes) y ésteres, pigmentos orgánicos e inorgánicos metales en polvo, carbón, carbono negro o carbono activado, y/o agentes de tefido. Los vapores filtrados y de agua salen del sistema vía conductos 10, en tanto que el producto final (que puede ser húmedo o seco y opcionalmente post-tratado) salen por el conducto 11.

Apagado de cal viva

A pesar de que esta operación es muy conocida en el arte previo, es valioso escoger un modo de operación preferido, que es el mayor, adaptado al proceso del invento actual. Por tanto, la cal apagada fresca es preferentemente preparada en un modo continuo de operaciones, que permite la operación de la etapa de carbonación utilizando inventarios bajos y explotando al máximo la energía que es liberada en la reacción entre el agua y el CaO , antes que esta energía preciosa sea perdida en los alrededores. El invento actual preferentemente hace uso de la

energía para realizar el paso de la carbonación de la mezcla del hidróxido de calcio acuosa en temperaturas relativamente altas, en forma más preferente sin enfriar o calentar, o en otras palabras sin añadir o sustraer energía, y entonces sólo utilizando la energía liberada por la reacción de carbonación junto con la energía producida por un sistema poderoso de mezclado. Una vez más, al utilizar leche de cal fresca y aún tibia constituye un factor importante en el éxito de la etapa de carbonación y más preferentemente efectuado, como se menciona anteriormente, en un modo continuo de operación, la temperatura de la cal apagada es preferentemente mantenida alrededor de la temperatura de la etapa de carbonación. Sin embargo, en la alternativa, un modo grupal de operación podría ser usado para el proceso del invento actual o el CaO puede ser introducido directamente al carbonador, como se demuestra en el arte previo.

La Mezcla de la cal viva

En algunas patentes del arte previo se recomienda utilizar mezcladores de alto corte para apagar el CaO con agua. El proceso

del invento actual es bastante tolerante al tipo de mezclado en tanto que la reacción de apagado es completa y la energía máxima es liberada. Los mezcladores que comprenden los sistemas de mezclado rotor/amazón y mezcladores que comprenden rotores son adecuados solamente.

La Purificación de cal apagada previo a la carbonación

Existen numerosos métodos para purificar la cal apagada antes de su utilización en la etapa de carbonación. La filtración por los filtros para retirar grandes partículas insolubles y/o la separación de estas partículas por hidrociclones son dos métodos eficientes para este propósito. Usualmente, las partículas de diámetro más grande de 40µm (hasta 70 µm) son retiradas previas a la etapa de carbonación y las partículas en grueso pueden ser descartados o utilizados en la industria de construcción, por ejemplo. La mezcla fina queda entonces lista para la carbonación en la etapa subsiguiente. Naturalmente, alimentar CaO directamente en el carbonador, como se mencionó anteriormente, no permite hacer uso de dichos métodos de purificación.

Fuentes de CaCO_3/CaO :

Muchas fuentes de CaCO_3/CaO se encuentran demasiado contaminadas para ser usadas a producir, por métodos conocidos, un aragonito precipitado particular para impresión, (tintes), cobertura (pintura), papel, jebe, plásticos, filtración, adhesivos y sellantes, productos farmacéuticos, cuidado doméstico y personal y otras industrias, y su uso principal, como materiales muy baratos, en la industria de la construcción. De otro lado, el invento actual podría permitir la utilización muchas de esta fuentes "impuras" CaCO_3/CaO y volviéndolos a aragonito precipitado particular, o relleno, extensor y grados pigmentos. El invento actual, como se manifiesta en la etapa de carbonación, es superior sobre cualquier estado de tecnología de arte de en el salvamento de minas de CaCO_3 convirtiéndolas a un uso de utilidades, sin cambiar grandemente los métodos de estado de arte para preparar la cal apagada.

Uso de Aditivos

El estado de tecnología de arte para apagar la cal viva incluye la adición de una variedad de aditivos en la leche de cal previo a la etapa de carbonación. De acuerdo al invento actual, uno de los modos preferidos de operación es adicionar el agente activo la leche de cal previo a la reacción de carbonación. Aquellos habilitados en el arte de producir carbonato de calcio precipitado deben chequear cuidadosamente que los otros aditivos, si es que estuviesen presentes en la leche de cal, no interfieran con la habilidad del agente activo de aumentar la formación del aragonito precipitado particular y causar su flotación en el reactor de carbonación. Por ejemplo, el uso de 1 wt.% (en base al carbonato de calcio) de ácido ftálico o ácido trimetílico con aproximadamente 1 wt.% (en base al carbonato de calcio, uno de los agentes activos más potentes del invento actual, ácido n-decanoico, origina la formación de mayormente el polimorfo calcita particular en la etapa de carbonación, bajo las condiciones específicas que son descritas en la sección experimental, en vez de obtener mayormente el polimorfo aragonito. En otros casos, los aditivos podría causar la formación de mezclas de concentraciones diversas de calcita precipitada particular y aragonito, en vez de carbonato de calcio de aragonito precipitado particular.

La Etapa de Reacción / Carbonación

Esta operación es muy conocida en el arte previo. Sin embargo, como esta etapa es la esencia del invento actual, es valioso escoger el modo de operación mas adecuado. Por ejemplo, a pesar de que el uso de partículas de aragonito para semilla es un procedimiento recomendado en el arte previo, parece en el momento actual que esta práctica resulta improbable que tenga utilidad en particular en el proceso del invento actual, desde la utilización del agente activo permite que todos los objetivos deseados sean logrados.

Como las funciones más importantes del agente activo en el invento actual son de catalizar la producción de aragonito precipitado particular, de propiedades químicas y físicas mejoradas y causar sus flotación en el reactor de carbonación, todas las medidas necesarias deben tomarse a fin de maximizar estas funciones.

La Naturaleza de Agente Activo y Su Origen

En tanto que el ámbito del invento actual no sea considerado como limitado por ninguna teoría, sin embargo, sería muy factible que las sales de calcio de los ácidos carboxílicos de la formula general RCOOH (de los que estructuras químicas específica ya han sido mencionadas en mayor detalle aquí mismo anteriormente) operan en la práctica como un agente activo en función en el proceso actual. No debe desecharse, sin embargo, que por ejemplo, otros derivados de dichos ácidos dentro del ámbito del invento podrían participar en actividad similar.

Las sales de calcio anteriormente mencionadas de los ácidos relevantes podrían ser usados como materias primas en el invento actual. Sin embargo, otros componentes que atraviesan transformaciones químicas para formar el agente activo bajo las condiciones del proceso, también cumplen este propósito como materias primas en la producción del aragonito precipitado particular deseado.

En una incorporación específica del invento, que servirá aquí de ejemplo, el agente activo es seleccionado de los ácidos carboxílicos de la formula general: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$, en donde $n = 7-16$, e incluyendo combinaciones del mismo.

Todos estos ácidos pueden ser fácilmente introducidos dentro de las facilidades de producción. El empuje de estos ácidos cuando su temperatura se mantiene por encima de los puntos de fusión (e.g. $>60^{\circ}\text{C}$) parece ser un método muy útil para entregar los ácidos dentro de unidades de producción adecuadas. Bajo tales condiciones, estos ácidos térmicamente estables son convertidos inmediatamente a sus respectivas sales de calcio donde son mezclados con mezcla de hidróxido de calcio acuosa caliente o con mezclas de carbonación caliente en $\text{pH} > 7$. Como el agua es el único producto intermedio de la reacción entre el hidróxido de calcio y los respectivos ácidos carboxílicos, el uso de estos ácidos como materias primas en el proceso del invento actual, parece no tener efecto colaterales dañinos.

Los correspondientes ácidos anhídridos de la formula general: $(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{CO})_2\text{O}$, incluyendo las combinaciones de ella, en donde $n = 7-16$, constituyen una buena fuente de recursos para el agente activo, como los ácidos correspondientes. Sin embargo, los anhídridos son muchos menos seguros de manejar y resultan mucho más costosos que los ácidos respectivos.

Las sales carboxiladas de los ácidos de la formula general: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$, incluyen las combinaciones del mismo, en donde $n = 7-16$, puede servir como materias primas en el proceso del invento actual por ejemplo donde los cationes seleccionados de Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Li^+ , Mg^{++} y especialmente Ca^{++} , pero, generalmente, el uso de estas sales no parece tener ventajas sobre los ácidos libres. Por el contrario, las sales son usualmente más costosas, no son fáciles de manejar a nivel industrial como los ácidos respectivos, y, con excepción de las sales de Ca^{++} , todas las otras sales añaden cationes que, hasta el momento son conocidas, que no son requeridas en el proceso actual. Las sales de Mg^{++} presentan un caso especial, pues ellas conducen a la formación del hidromagnesito y por ello a un aumento dramático del área de la superficie del producto, a su contaminación y a un gran incremento en el contenido del agua en el bloque filtrador húmedo. De ahí que, en el proceso del invento actual solo concentraciones limitadas de cationes son permitidas, i.e. $< 1 \text{ wt.}\%$, en base al

hidromagnesito y PCC del invento actual. Por el contrario, entonces el Mg^{++} puede ser también presentado como otras sales de MgO , preferentemente, como $MgO/Mg(OH)_2$.

Ésteres de la siguiente formula general: $CH_3(CH_2)_nCOOR^+$, en donde $n = 7-16$ y R^+ constituye una esterificación radical tales como el alkyl, por ejemplo: CH_3 , C_2H_5 , C_3H_7 , etc., resultan también candidatos adecuados para el agente activo en el presente invento. Sin embargo, con la finalidad de que estos compuestos generen, por ejemplo las sales de calcio correspondientes, tienen que atravesar una hidrólisis básica, que podría ser preferentemente hecha al premezclarlos en una mezcla básica de hidróxido de calcio, en los que son hidrolizados y luego convertidos en las respectivas sales Ca^{++} . Sin embargo, el uso de estos ésteres en el proceso del invento actual parece ser inferior al uso de los ácidos respectivos, en razones, que serán de auto-evidencia a la persona habilitada.

Químicamente equivalente a los otros agentes activos preferidos específicamente mencionados anteriormente, se encuentran las quetonas de la formula general: $CH_3(CH_2)_{n-1}C=O$, en donde $n = 7-16$, e incluye combinaciones del mismo, se conforman de manera similar y origina retrasos similares, como por los anhídridos ácidos, mencionados anteriormente.

De ahí que, los ácidos de la formula general: $CH_3(CH_2)_nCOOH$, en donde $n = 7-16$, incluye combinaciones del mismo, son la fuente preferida para el agente activo a ser usado en el proceso del invento actual. Mas específicamente, ácido decanoico (en donde $n=8$) es actualmente uno de los ácidos más potentes y preferidos, pues conduce a productos del invento actual de los cuales el contenido del isomorfo aragonito es el más alto, bajo condiciones comparables. El ácido láurico (en donde $n=10$), el ácido mirístico (en donde $n=12$) o incluso el ácido esteárico (en donde $n=16$), es relativamente abundante y menos costoso de las materias primas, podría ser preferido en algunos casos, en que el contenido máximo del isomorfo aragonito en el producto no es crítico o en casos en que concentraciones controladas de isomorfo calcita en el producto del invento actual podría ser deseable.

Parece que el proceso del invento actual es relativamente más general de lo que originalmente se pensó. También se encontró que el ácido (10-undecenoico), undeciclenico ($\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_9\text{COOH}$) resulta también un agente activo muy potente en el proceso del invento actual y otros, serán posiblemente resueltos en el futuro, utilizando las condiciones de proceso original del invento actual y la metodología simple y directa, de cómo determinar que compuesto (ácido carboxílico) es un agente activo.

La célula del Reactor/Carbonador/Flotación

Como se mencionó anteriormente, la etapa de carbonación puede ser conducida en un reactor bien batido de acuerdo al arte previo. Sin embargo, debido al hecho de que el agente activo es un material único que puede realizar la formación del aragonito precipitado particular del invento actual, en la reacción entre mezclas acuosas de hidróxido y gas de dióxido de carbono y también debido al hecho de que el agente activo puede originar que este producto flote, los carbonadores preferidos actuales a ser usados en el proceso del invento actual son células de flotación.

Estas células podrían ser operadas de alguna forma en forma distinta de los carbonadores regulares y las células regulares de flotación, pues ambas funciones (carbonación y flotación) se realizan en la misma unidad de producción del aragonito precipitado particular, del invento actual. El escenario exacto de estas células puede variar, pues ellas dependerán, por ejemplo de las preferencias del diseñador experto, la naturaleza precisa del producto deseado, la calidad de las mezclas acuosa del hidróxido de calcio. Por ejemplo, una célula de flotación como la descritas en la Figura 3, que contenga amazón/rotor o rotor solamente S, es adecuado para realizar el proceso inventivo, y de los cuales las característica principales son como siguen:

A. La corriente de la cal apagada 14 es preferiblemente introducida cerca de la circunferencia interior del reactor y por encima de las hojas de batido.

B. La corriente 5 del dióxido de carbono o dióxido de carbono que contenga gas es introducido preferiblemente a través de rociadores adecuados en un punto por

debajo de las hojas de batido, pero aún no demasiado cerca de la base de la célula, a fin de evitar mezcla excesiva cerca de la corriente de salida 7 de los contaminantes y líquido.

C. El producto húmedo y el gas son preferiblemente descartados desde la cima 18 de la célula. El despumador usual para despumar el producto de la célula de flotación, y los hidrociclones para una eficiente separación de producto/gas, son mostrados en la Figura 3.

Forma de Operación de la Etapa del Carbonación

La continua reacción/carbonación de la mezcla de hidróxido de calcio acuosa con gas de dióxido de carbono o dióxido de carbono que contenga gas es la forma más adecuada de operación para el invento actual, especialmente a causa del enorme mercado potencial para el carbonato de calcio precipitado particular producido, y particularmente aragonito precipitado particular.

Se podrían usar operaciones semi-continuas (intermitente). Sin embargo, como puede entenderse de acuerdo a la deseabilidad de la operación del proceso en su eficiencia máxima por ejemplo, como una operación de flotación, resulta improbable que una forma de operación pueda competir económicamente con la forma de operación continua.

Un modo grupal "real de operación" en el que la leche de cal y el agente activo sean mezclados juntos y el gas de dióxido de carbono o un dióxido de carbono conteniendo gas es introducido para precipitar el producto deseado hasta que la mezcla de la reacción se vuelva neutral (en aproximadamente $\text{pH} \sim 7$), parece no ser viable, posiblemente a razón de que el agente activo no es eficiente en catalizar la formación del producto deseado, en las altas características iniciales pH del modo grupal de operación en este caso, y/o porque el agente activo es adsorbido sobre la superficie de los primeros cristales formados del carbonato de calcio precipitado particular, donde luego es "enterrado" bajo el subsiguiente PCC. En dichas circunstancias el agente activo es agotado muy rápidamente de la zona de reacción, y el proceso del invento, como tal, es factible de volverse inoperable.

La Temperatura de la Etapa de Carbonación

El arte previo enseña a producir un aragonito precipitado particular, en una temperatura del orden de entre los 60°C y la temperatura de ebullición de la combinación de la mezcla, presión ambiental, y el proceso actual es preferentemente conducido en forma similar, pues la bajas temperaturas favorecen la formación de calcita.

De otro lado, el operar el proceso en una temperatura tan cercana posible al punto de ebullición de la combinación de la reacciones particularmente preferida con prontitud, a raíz de que estas condiciones dan al producto de relativamente más bajo contenido escaso de agua en el bloque de filtro húmedo, lo cual constituye una gran ventaja en muchas aplicaciones del actual producto.

En tanto que el proceso actual es operado en temperaturas y presiones más altas (desde que el agente activo es estable bajo tales condiciones), esta clase de operación es asociada con serios problemas tecnológicos que podrían afectar en forma adversa la economía total del proceso.

La Concentración de la mezcla de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en la etapa de Carbonación

El método del arte previo para producir aragonito precipitado particular, podría ser clasificado en tres formas principales de operación. La primera forma de operación en concentraciones muy bajas de hidróxido de calcio en el agua, y en algunos casos se usa una solución clara de < 1 wt.% de hidróxido de calcio. En la segunda forma, existen mezclas acuosas de hidróxido de calcio y agentes activos que inducen la formación del aragonito precipitado particular deseado, si bien en índices de producción muy bajas. En la tercera forma, el aragonito precipitado particular es utilizado para semilla, a fin de mejorar los índices de producción.

El presente invento requiere de concentraciones relativamente altas en las mezclas acuosas de hidróxido de calcio y los índices de producción son muy rápidos. En realidad, en el orden de concentraciones muy bajas de <2wt.% (basado en el hidróxido de calcio) el proceso actual podría no "encender" inmediatamente y bajo estas circunstancias no deseables, se obtiene el producto

"poroso" del invento actual, pero sólo las partículas de carbonato de calcio precipitado o mezclas de dichas partículas.

El invento actual puede usar mezclas acuosas de hasta 30 wt.% de hidróxido de calcio, pero dichas mezclas densas son muy viscosas y resultan difíciles de manejar. Por tanto, el orden preferido de concentraciones de mezclas de hidróxido de calcio acuosas, de acuerdo al invento actual, están en el orden de entre 4% y 20 wt.% y más preferentemente entre el 5% y el 15 wt.% del hidróxido de calcio. En estas órdenes, la viscosidad de la combinación de la reacción permite una suave operación, en tanto que la energía mantenida ya en la alimentación de la combinación del hidróxido de calcio acuosa (como se mencionó anteriormente), más la energía liberada por la reacción de carbonación, así como la energía liberada por el sistema de mezcla son suficientes para mantener la temperatura de reacción deseada sin calentamiento o enfriamiento externos.

La Concentración del Agente Activo en la Etapa de Carbonación

Para simplificar los cálculos de cuanto agente activo es necesario en el proceso y cuanto de ello podría ser incluido en el producto del invento actual, preferimos utilizar los pesos de los ácidos respectivos, a raíz de que las mitades de carboxilato se distinguen de sus respectivos ácidos en menos del 1%. Por tanto en caso de que quetonas adecuadas, ésteres, sales de carboxilato, ácidos anhídridos y/o ácido hálidos son utilizados, el peso equivalente del ácido respectivo debe ser calculado, a menos que se indique de distinta forma. Además nos encontramos conscientes de las diferencias entre las actividades de los ácidos de la fórmula general por ejemplo $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$, en donde $n = 7-16$, incluyendo combinaciones de la misma, su contribución individual al peso total del agente activo debe ser calculado en forma aritmética, es decir añadiendo el peso total del agente activo debe ser calculado aritméticamente, es decir añadiendo el peso de cada ácido individual, como si estos fuesen de la misma entidad química. Este concepto es importante para entender este invento y en forma particular las reivindicaciones, sin ambigüedades. La diferencia entre los pesos moleculares de los ácidos respectivos ($\sim \pm 30\%$) no constituye un gran problema, pues una persona experta en el arte chequeará cuidadosamente la cantidad exacta de los ácidos carboxílicos relevante que es necesario operar el proceso de una forma,

que no es sensitiva a incluso más grandes variaciones de las concentraciones del agente activo, es decir de $\geq \pm 30$ wt.%, en base a CaCO_3 . Además, cuando se utiliza el ácido decanoico como el agente activo actualmente preferido, el invento actual no será sujeto de la inexactitud antes mencionada.

Para determinar el orden de la concentración del agente activo en el invento actual, es importante estar conscientes de las funciones diversas del agente en el proceso de producción y los efectos que este produce en el producto final.

El arte previo describe muchos aditivos que ayudan a producir aragonito precipitado particular, pero ninguno de estos aditivos es comparable al agente activo actual, bajo los parámetros seleccionados de proceso, por las dos siguientes razones principales:

1. El agente activo conduce una reducción dramática de la gravedad específica del producto particular y permite el uso del método de flotación para separar el aragonito precipitado particular "light" de los contaminantes "pesados" (que contienen silicatos de aluminio y sales metálicas pesadas, carbonatos y óxidos). Estas partículas "pesadas" se hunden al fondo de la célula carbonador y flotación y son descartados de la unidad de producción sin alcanzar el filtro.
2. Las propiedades ópticas del producto precipitado particular son alterados y es aumentado dramáticamente su índice refractor efectivo.

Por tanto, de acuerdo a uno de los modos preferidos de la operación, el producto del presente invento, en la incorporación de la flotación, es llevado a la cima de la célula del reactor/carbonador/flotación, por pequeñas partículas que se adhieren a partículas diminutas precipitadas, y este producto relativamente puro es descargado desde la cima de la célula de carbonador/flotación previa a cualquier operación. Por tanto, en esta incorporación, el proceso actual implica una operación intrínseca, interior, de extra purificación, previa a la operación de desaguado río abajo, que no es tan común en el arte previo.

Esta propiedad única del agente activo que produce la flotación del carbonato de calcio precipitado particular "light" es también una razón porque la incorporación del presente invento es superior a cualquier tecnología de producción de arte previo al explotar fuentes altamente contaminadas de CaCO_3/CaO , las que hasta

el momento resultan inadecuadas para la producción de carbonato de calcio precipitado particular, y particularmente de aragonito precipitado particular, o grados de calidad de relleno, extensor y pigmento. Dichas fuentes pueden ser utilizadas actualmente en forma exitosa, usando la tecnología novedosa del invento actual.

A raíz de que la mezcla de hidróxido de calcio se encuentra usualmente contaminada y las impurezas resultan responsables de afectar el desempeño del agente activo, la concentración (mínima) al borde variará, pero se encuentra dentro de la competencia de la persona experta para determinar, bajo cualquier particular grupo de circunstancias. Además la concentración al borde variará con el tipo de ácidos carboxílicos activos que serán usados. En todo caso, resulta deseable evitar esta concentración al borde en la etapa de carbonación pues este constituye un punto de inestabilidad y podría involucrar un riesgo innecesario al objeto deseado. Al considerar el uso de un nuevo stock de alimentación de CaCO_3/CaO , los experimentos de laboratorio revelarán la concentración mínima del agente activo, que es necesario para iniciar la producción del carbonato de calcio precipitado deseado, y particularmente, sin ninguna falla (en frente el stock de alimentación pertinente de CaCO_3/CaO). Se espera que este valor se encuentre en la mayoría de los casos por encima del 0,2 wt.%, preferiblemente dentro del orden de 0,4% a 3 wt.%, en base al carbonato de calcio.

Es de suma importancia observar que la concentración al borde discutida anteriormente, para catalizar la producción del aragonito precipitado particular, del invento actual (~0,2% wt.%, en base a CaCO_3) se encuentra sustancialmente por encima de la concentración al borde que se requiere para causar la flotación de este producto en soluciones acuosas (~0,02% wt.%, en base al CaCO_3) y ello al operar en el orden de concentración simplemente por un proceso "propio" de flotación, nada que se manifieste en el invento actual realmente ocurre. En realidad, las propiedades físicas y químicas óptimas del carbonato de calcio de aragonito precipitado particular, del invento actual son obtenidos por encima de los 100 pliegues de esta concentración (~2-3 wt.%, en base al CaCO_3).

Otros factores pueden indicar el uso de concentraciones incluso más altas del agente activo en el proceso de producción del invento actual. Por ejemplo, revestir la superficie del aragonito precipitado particular con una predeterminada capa bastante gruesa del agente activo, in situ, en una célula de carbonador/flotación,

podría requerir altas concentraciones de este material , que podría exceder el 5%, 10% e incluso el 15 wt.% en base al CaCO_3 , a fin de producir aragonito precipitado particular de buena superficie revestido resistente al ácido e hidrofóbico (por ejemplo operaciones maestra). Naturalmente, en dichas altas concentraciones de agente activo, el componente de costo del revestimiento debe ser comparado a las posibilidades alternativas de revestimiento, que se encuentran disponibles en el arte previo, así como en el invento actual (ver figuras 1 y 2, respectivamente). Otra razón sería para evitar operar el proceso en concentraciones demasiado bajas es el hecho de que las propiedades físicas y químicas del producto, y especialmente sus propiedades ópticas y gravedad específica, las cuales son bastante interdependientes, se encuentran dramáticamente afectadas por la concentración del agente activo.

Entre el límite superior y el límite al borde de la concentración del agente activo en el proceso del invento actual, la concentración óptima debe ser determinada también por un experto en este arte, ya sea enfrente de la calidad del CaCO_3/CaO , o cuando sea que las propiedades del producto sean cambiadas. El agente activo no es un material costoso pero aún podrían arrojar un peso económico sobre el costo total del producto final debido al hecho de que incluso aragonito precipitado particular bastante puro es un material relativamente barato.

Intuitivamente, la concentración de 10 wt.%, en base al carbonato de calcio, parece ser un límite superior económico del agente activo, mientras que el 0,2 wt.%, en base al CaCO_3 , parece ser su concentración al borde (mínima).

El Dióxido de Carbono en la Etapa de Carbonación

El uso del gas de dióxido de carbono o un gas que contenga dióxido de carbono se conoce bien e los métodos de arte previo para producir partículas precipitadas de carbonato de calcio. El proceso del invento actual es similar en este aspecto a los procesos de arte previo que operan como gas de dióxido de carbono sustancialmente puro así como como combinaciones de dióxido de carbono hasta aproximadamente cerca del 92 wt% de gases inertes (por ejemplo el aire). En concentraciones más bajas del dióxido de carbono en el gas de alimentación (<8

wt%), sin embargo, la eficiencia del proceso podría ser muy escasa, principalmente debido al efecto enfriante del gas excesivo.

A fin de comprender como controlar el proceso del invento actual, resulta valioso describir los principales efectos que son observados en los dos límites, es decir, cuando se usa gas de alimentación "rico" de aproximadamente 100% de dióxido de carbono de un lado y utilizando gas de alimentación "pobre" de aproximadamente 8 wt% de dióxido de carbono de otro lado. Se encontró que gas de dióxido de carbono "rico" conduce a un PCC, del invento actual, que da lugar a productos de mucho mayor brillo que aquellos que son conducidos a PCC, del invento actual, que son producidos con una alimentación de dióxido de carbono "pobre" bajo condiciones similares de producción. Es decir, el brillo del producto final (consumidor) puede ser fácilmente ajustado al escoger la proporción de gas inerte correcto (aire) de CO_2 . Este hecho podría ser explotado, especialmente, al usar el producto del invento actual en formulaciones que son orientadas a ser usadas por ejemplo en la industria del revestimiento, que requiere a menudo productos de escaso brillo y en la industria del papel para papel de revestimiento y obtener un producto deseable de alto brillo.

Otro fenómeno que se observa cuando se utiliza gas de alimentación "pobre" es que este conduce a PCC, del invento actual, de baja gravedad específica y de un alto poder de ocultamiento, comparado a PCC, del invento actual, que es producido con gas de alimentación "rico" bajo condiciones similares. Esto, a su vez, permite incluir ácidos carboxílicos dentro de la orden de la patente, que de otro modo, no pudiese, cumplir con las restricciones que fueron establecidas para determinar que ácido carboxílico se encuentra dentro de los límites de este invento y puede ser utilizado como un agente activo para producir el producto del invento actual. Por ejemplo, bajo las condiciones de la prueba de pantalla (Ejemplo 1; que está descrito de aquí en adelante), el ácido laurico no podría ser considerado como agentes activos (su producto fue considerado "Calcita" por su pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito+calcita)) era únicamente el 20%-25% y su gravedad específica (en aceite largo; después de secarlo a 120°C por doce horas) era únicamente de $2,54 \text{ g/cm}^3$. Cuando se usa un gas de alimentación "pobre" del 26% CO_2 (por volumen) la gravedad específica del producto disminuye dramáticamente a 178 g/cm^3 . De ahí que, en base a valores de gravedad específica demasiado altas que fueron obtenidas por ácido láurico, por ácido

palmítico y por ácido esteárico, el ácido mirístico no fue considerado, en ese momento, ser un candidato viable para catalizar el proceso del invento actual y de ahí que, debido a restricciones de tiempo, no fue probado ni incluido en el Cuadro 1. EL uso de gas de alimentación muy "pobre" permite distribuir y usar muchos más ácidos carboxílicos (ácido láurico, ácido mirístico e incluso ácido esteárico) para servir como agentes activos del proceso del invento actual, usando los métodos simples y directos que fueron desarrollados en el presente.

Aditivos en el Proceso

El proceso del invento actual es bastante auto-suficiente y sólo requiere al agente activo en cantidades adecuadas, como se discutió anteriormente. El agente activo puede ser presentado preferiblemente ya premezclado con la mezcla acuosa del hidróxido de calcio, o alternativamente (o adicionalmente) puede ser presentado directamente al carbonador. El agente activo también puede ser utilizado a la etapa de carbonación, pero que, naturalmente no tiene efecto en la producción del carbonato de calcio precipitado particular, y particularmente el aragonito precipitado particular en el carbonador.

Parece que el agente activo tiene una afinidad sorprendente al aragonito, que es improbable que sea adversamente afectado por la presencia de otros aditivos. En consecuencia, los aditivos como los ácidos fosfóricos y las sales solubles en agua, pueden ser utilizados en el invento actual para modificar las propiedades del productos al aumentar la proporción del aspecto de los entonces formados cristales aciculares; poliacrilatos, poliacrilamidos y algunos ácidos carboxílicos de cadena corta pueden ser utilizados para modificar la reología de las combinaciones del producto y permitir la operación en altas concentraciones de hidróxido de calcio y, en consecuencia, en cantidades de materias primas más altas; agentes chelating pueden ser utilizados para convertir metales pesados en especies solubles en agua una vez más conduce a productos super puros; polvos metales y carbono negro podría ser introducidos para obtener eléctricamente polvos conductores; sales de aluminio solubles podrían afectar las partículas calcitas; y sales de magnesio o preferiblemente $MgO/Mg(OH)_2$ podría conducir a hidromagnesito. El arte previo se encuentra lleno de ejemplos de aditivos que son utilizados para lograr productos de carbonato de calcio particular mejorados. Estos

aditivos y muchos otros, potencialmente, ser usados en el producto (proceso) del invento actual.

Sin embargo es prudente controlar cuidadosamente el efecto que aditivos bien conocidos podrían tener sobre la acción del agente activo, pero en la mayoría de los casos el agente activo será el catalizador dominante para el propósito del invento actual y, de ahí que, dichos aditivos puedan ser usualmente introducido en etapas distintas del proceso, como es costumbre en el arte previo. (ver Figuras 1 y 2).

El Sistema de Mezclado

La necesidad para combinación de alto corte en este proceso es bien conocido en el arte relevante. Los mezcladores podrían ser un tipo rotor/armazón o solamente un tipo rotor. Usualmente este ultimo es utilizado para producir partículas de productos relativamente más grandes, mientras que el tipo rotor/armazón conduce a una rozadura mucho más grande de los cristales acidulares. De otro lado, el tipo rotor/armazón puede permitir una dispersión más eficiente de las burbujas de gas, por la que mejoran la calidad del producto. El operador experto utilizará el sistema de mezclado preferido para trabajar o realzar el proceso actual. El tipo de mezcladores y la velocidad del rotor debe ser optimizado de acuerdo al desempeño deseado de la carbonación y las características deseadas del producto.

El límite inferior de la velocidad del rotor (de aquí en adelante - "velocidad Punta" o "Velocidad Periférica") es conocida en el arte previo. Un requisito de una velocidad punta mínima de cerca de 5 m/seg, para efectuar la formación del producto deseado no es inusual en este arte.

El límite superior de la velocidad del rotor se determina por la tecnología del mezclador, costo del mezclador específico, la naturaleza del producto deseado y la energía que ha de ser usado. Por ejemplo, la velocidad más alta del rotor, el tiempo de reacción será el más bajo (en un proceso continuo, el tiempo de reacción es nombrado HUT (Detención de Tiempo) y es calculado como sigue:

$HUT = V$ (el volumen del carbonador)/ F (el índice de descarga de la combinación del producto del carbonador)). Esto a su vez podría conducir a partículas pequeñas. Una persona experta en este arte sabe como optimizar el tipo de velocidades de mezcladores y rotores por encima de la velocidad periférica mínima, que es preferiblemente de 5 m/seg.

La Reacción Duración en la Célula de Reactor/Carbonador/ de Flotación

Como ya se mencionó anteriormente, la etapa de carbonación es de preferencia conducida en una forma continua de operación. En tal caso la "duración de la reacción" es apenas relevante, pero podemos calcular el HUT (Detención de Tiempo) que descansa principalmente dentro del orden de los 5 min y 180 min. Por debajo del límite inferior del HUT las producciones podrían ser demasiado bajas y el PSD (Distribución de Tamaño de Partícula) del producto podría ser demasiado pequeña, mientras que en el límite superior del HUT, el proceso de cantidad de materias primas pudiese ser muy bajo, las producciones podrían ser excelentes y el PSD podría ser demasiado pequeño, a causa de rozadura excesiva del producto en la célula de flotación. Una vez más, el experto podrá determinar por experimento, parámetros laborales adecuados en frente de las propiedades del producto deseado y para optimizar su calidad y costo.

La Gravedad Específica y la Densidad del Peso (L.B.D. y/o T.B.D.) del Carbonato de Calcio Precipitado particular del Invento Actual

En tanto que el invento actual no es limitado por ninguna teoría, podría ser que el gas atrapado (aire) en el producto podría explicar las propiedades inusuales observadas en el producto actual. La gravedad específica (S.G.) y la densidad del peso (L.B.D. y/o T.B.D.) del PCC del invento actual son medidos por las siguientes tres medidas principales: (a) distinguir el producto del invento actual de los productos del arte previo; (b) distinguir el proceso del invento actual de los procesos del arte previo; y (c) controlar y optimizar el proceso y el producto del invento actual.

Gravedad Específica (S.G.)

La gravedad específica de la calcita y aragonito se encuentra bien documentado en la literatura y se encuentra siempre por encima de los $2,5 \text{ g/cm}^3$. Sin embargo, la medida del S.G. del producto actual, así como los productos de PCC/GCC del arte previo, que podría ser revestida con revestimientos hidrofóbicos (por ejemplo sales de calcio de ácidos carboxílicos de cadena larga), podría conducir a resultados erróneos, si es que superficialmente burbujas de aire adheridas no son removidas totalmente.

A fin de mejor diferenciar los productos del invento actual de aquellos del arte previo, el S.G. de los productos secos podrían ser determinados en aceites distintos, los que simulan el ambiente práctico en que las partículas PCC/GCC son utilizadas en forma cotidiana, por lo menos en ciertas aplicaciones. Esta determinación podría ser realizada sobre productos secos como sean producidos, y/o después del encenderlos a 500°C durante ocho horas, por ejemplo como se describe en el Ejemplo 14 (E) en el presente. Los valores S.G. de las partículas PPC/GCC deben reflejar sus propiedades reales bajo las condiciones en las cuales ellas son usadas en la mayoría de casos, mientras que los valores S.G. determinados después de la calcinación debe revelar si los valores de los productos secos indican diferencias estructurales significativas de productos de arte previo. Simplemente determinar que el S.G. de los productos secos (pero no calcinados) es de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ no necesariamente distinguen estos productos de aquellos del arte previo, en tanto que los valores S.G. después de la calcinación son los criterios más decididos y precisos para determinar que el producto relevante tiene una gravedad específica de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ (preferiblemente $<2,3 \text{ g/cm}^3$ y más preferiblemente $<2,1 \text{ g/cm}^3$) y, de ahí que, es en verdad el producto del invento actual. Se aplicarán condiciones similares a la determinación en relación si el proceso que produjo dicho producto es un proceso de acuerdo a una incorporación del invento actual. La eliminación total de los carboxilatos de las partículas PCC después de que dicho tratamiento térmico (es decir, $<1\text{ppm}$; como se midió por los análisis GC-MS), resuelve el problema de las burbujas de gas adheridas sobre la superficie de las muestras medidas PCC, y por tanto los valores específicos de la gravedad para productos del arte previo (calcita, así como, aragonito) son siempre $>2,5 \text{ g/cm}^3$ (aún $>2,65 \text{ g/cm}^3$), en tanto que los productos de acuerdo a una incorporación particular del invento actual son

caracterizados por sus valores específicos de gravedad $<2,5 \text{ g/cm}^3$ (preferentemente $<2,3 \text{ g/cm}^3$ e incluso más preferentemente $<2,1 \text{ g/cm}^3$).

Como ya se mencionó, las partículas PCC están siendo usualmente utilizadas en la práctica sin ningún tratamiento drástico de encendido (en 500°C durante 8 hr) y en la mayoría de los casos las partículas PCC no son incluso secadas, pero si dispersadas en el agua, después de la etapa de desaguado, al utilizar dispersantes estables conocidos (mezclas de $>50 \text{ wt\%}$). De ahí que, las partículas de PCC del arte previo podrían ser revestidos con carboxilatos, y de ahí que, ellos podrían ser rodeados de burbujas de gas (usualmente aire) que conducen a una gravedad específica aparentemente "reducida", de valor inferior a $2,5 \text{ g/cm}^3$. Sin embargo, esta situación equivocada permanece sólo hasta que las partículas de PCC estén sujetas a fuerzas de alto corte (por ejemplo en los proceso de fabricación de revestimiento, tintas y papeles), lo que origina la separación de estas burbujas de gas, a menos que ellas se encuentren "escondidas" profundamente por debajo de la superficies de las partículas PCC, y esto constituye la base del invento actual. De ahí que, cualquier sugerencia que sea hecha en el presente para medir la gravedad específica de las partículas PCC, después de secarlas a 120°C por 12 hr solamente, es solo para obtener la noción de que en verdad el producto correspondiente puede ser de propiedades adecuadas, y sea encendido además en aproximadamente 500°C durante el tiempo que sea necesario para remover todas las mitad orgánicas, antes de que se conduzcan pruebas específicas de gravedad. Un experto en el arte puede escoger otras condiciones para desempeñar esta tarea, pero debe asegurarse que los compuestos orgánicos no estén más en sobre las partículas PCC examinadas. Contrario a lo pensado anteriormente, de que los "poros" en las partículas PCC del invento actual se encuentren cerrados, sabemos actualmente que estos "poros" son semipermeables (o selectivamente permeables) a líquidos y gases. Cualquier intento para utilizar las medidas picnométricas de la fase del gas regular para determinar la gravedad específica así como el PCC del invento actual, conducirá a valores por encima de los $2,5 \text{ g/cm}^3$, independiente del tipo y fuente de estos productos de carbonato de calcio o el tipo de tratamiento que estas muestras recibieron previas a los análisis específicos de gravedad (ver Ejemplo 14(D)). Es decir, al utilizar dicha práctica se hubiera dado lugar a totalmente inspeccionar el invento actual. Sin embargo, al realizar los análisis de gravedad específica de las

partícula PCC del invento actual en líquidos como el agua, ácido oléico (>97%), aceite de oliva comestible frío a presión, aceite de girasol comestible refinado, aceite de maíz comestible refinado, aceite de soya comestible refinado, aceite de canola refinado, y aceite elevado, conduce a valores de $<2,5 \text{ g/cm}^3$ (preferiblemente de $<2,3 \text{ g/cm}^3$ y más preferiblemente de $<2,1 \text{ g/cm}^3$), como se muestra por ejemplo en el Ejemplo 14 (H). Las medidas similares de la gravedad específica de comercialmente disponible GCC (calcita) y PCC (calcita y aragonito) siempre dieron elevación a los valores que fueron $>2,5 \text{ g/cm}^3$ (incluso $>2,6 \text{ g/cm}^3$ e incluso $>2,7 \text{ g/cm}^3$). –cuando las medidas de la gravedad específica conducida en el agua, la gravedad específica de los productos del invento actual era de $<2,5 \text{ g/cm}^3$, pero sin embargo, cuando una pequeña cantidad de sodiodioctilsulfosuccinato (2%) fue añadido a la mezcla, la gravedad específica de las partículas PCC se incrementaron rápidamente y terminaron en valores $>2,7 \text{ g/cm}^3$ (dicho fenómeno no pudo ser observado en el caso del arte previo de los productos GCC o PCC). Este fenómeno de penetración de líquidos en los "poros" del producto del invento actual tiene muchos beneficios, pero cuando esto ocurre en preparar las mezclas estables usuales de PCC (de $>50 \text{ wt\%}$) al mezclar el PCC, el agua y dispersantes adecuados, da lugar a una masa altamente viscosa y muy espesa. En la etapa de preparación, las mezclas PCC hechas de un producto del arte previo, parecen, superficialmente bastante similares a aquellos que son hechos del producto del invento actual, pero esta apariencia superficial podría confundir. Por ejemplo, al medir la gravedad específica (S.G.) de las partículas PCC del arte previo darán lugar a valores $> 2,5 \text{ g/cm}^3$, mientras que los valores S.G. de las partículas PCC del invento actual serán particularmente inferiores. Además, la adición de un agente humectante, como el sodio dioctilsulfosuccinato, a estas mezclas demostrarán un comportamiento mucho más dramático. Es decir, dichas mezclas de partículas PCC del arte previo podrían no ser afectadas mucho, pero las mezclas hechas de partículas PCC del invento actual se convertirán en una masa densa y altamente viscosa y los valores S.G. de las partículas en el mismo aumentarán a $>2,7 \text{ g/cm}^3$, debido a la penetración de la fase acuosa en las partículas PCC.

Debido al hecho de que los "poros" en los productos del invento actual no se encuentran cerrados a gases y algunos líquidos, es de importancia evitar las medidas de la gravedad específica picnométrica acostumbrada del gas (S.G.)

cuando se analiza el producto del invento actual, y seguir las instrucciones de como hacerlo (ver en el Ejemplo 14 y especialmente en el Ejemplo 14 (E)). Estas medidas revelan mejor las propiedades deseadas de los productos novedosos del invento actual y del proceso del invento actual y dan una imagen cercana de cómo estas partículas PCC están orientadas a mejorar los productos finales (consumidor), debido a su única propiedad – "porosidad".

Densidad del Peso (L.B.D. y/o T.B.D.)

Se puede hacer otra observación en base a información experimental recolectada hasta el momento, que la densidad del peso (L.B.D. y/o T.B.D.) de los productos del invento actual tienen valores profundamente inferiores (L.B.D. $< 0,55 \text{ g/cm}^3$ e incluso $< 0,45 \text{ g/cm}^3$ y/o T.B.D. $< 0,70 \text{ g/cm}^3$ e incluso $< 0,60 \text{ g/cm}^3$), que aquellos de productos similares del arte previo (que usualmente tienen L.B.D. $> 0,6 \text{ g/cm}^3$ y T.B.D. $> 0,8 \text{ g/cm}^3$). De ahí que, podríamos utilizar estos criterios de alternativa, es decir L.B.D. y/o T.B.D., para indicar si un producto se encuentra dentro del dominio del invento actual. Un procedimiento modelo de cómo realizar estas pruebas se detallará en el Ejemplo 14, partes (F) Y (G) respectivamente.

En forma general, los productos PCC particulares, previamente secados a 120°C durante doce horas, que son de SSA (Area de Superficie Específica) (BET) $\leq 15 \text{ m}^2/\text{g}$ pertenecerá al dominio del invento actual por ejemplo en las incorporaciones unidas a la densidad del peso y/o consideraciones S.G., si tienen un L.B.D. de menos de $0,55 \text{ g/cm}^3$ y/o un T.B.D. de menos de $0,70 \text{ g/cm}^3$ y de otra forma cumplir con las definiciones mencionadas en estas reivindicaciones. Los productos de SSA más altos en general no serán evaluados para L.B.D. y/o T.B.D., pero sólo para la prueba S.G., como se instruyó en el ejemplo 14 (E).

El invento actual describirá ahora en mayor detalle por medio de ejemplo, que son presentadas para fines de ilustración solamente y no son interpretadas restrictivamente.

PARTE EXPERIMENTAL

Materia Primas:

A. Todas las materias primas fueron compradas de Aldrich, a menos que se especifique de distinta forma.

B. El decanoato etílico fue preparado al reaccionar cloruro decanoíleo en presencia de trietilamina a aproximadamente 50°C. Después de cerca de 3 horas el producto fue lavado con agua para remover los residuos solubles en agua y luego fueron secados a aproximadamente 50°C bajo un vacío de aproximadamente 30 mm/Hg.

C. El decanoato de sodio fue preparado al mezclar completamente ácido decanoico con 2% de NaOH acuoso en aproximadamente 70°C hasta que el pH pasó 10.

D. El decanoato de potasio fue preparado al mezclar totalmente ácido decanoico con 2% de KOH acuoso a aproximadamente 70°C hasta que el pH pasó 10.

E. CaO(1) - de Arad, Israel.

F. CaO(2) - de Shfeya, Israel.

G. PCC comercial - Aragonito; de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40.

H. CO₂ – Cilindros of 100 % gas comprimido puro de Mifalay Hamzan Ltd., Haifa.

I. Aceite Elevado (Sylvatal 20S) de Arizona Chemical, USA.

J. Acido esteárico ultrafino revestido GCC – Omya UFT 95 ex Omya-Pluess-Stauffer - Suiza.

K. Un ácido esteárico ultrafino comercial - Ultraflex PCC ex SMI - USA.

L. Un talco comercial ultrafino – Ultratalc 609 ex SMI - USA.

M. Acido Isosteárico - Emersol 875 ex Henkel - Alemania.

N. Alcohol Anise (ex Koffolk – Israel).

O. Hexabromociclododecano (Syntex HBCD ex Albermarle – USA).

P. NeendX (ex Albermarle – USA).

Q. Diazinon (Diazol ex Makhteshim-Agan – Israel).

R. Los Constituyentes de Pintura:

2027143204
 2027143204

Nopco NDW de Henkel.

Cellosize QP 15000 (celulosa hidroxiethyllico) de Union Carbide.

Disperso Uno (45% N.V.) de Tambour, Israel.

Synperonic NP10 de ICI.

TiO₂ (Kronos 2160) de Kronos (Sin embargo, pigmentos similares de TiO₂, como Trióxido R-TC90 y Tioxido TR92, del cual su D₅₀ = 220 nm ± 20 nm podrían servir igualmente).

Silicato Sintético de aluminio de sodio (p820) de Degussa.

Arcilla de caolín (D₅₀ = 3.1 micrones) de Engelhard.

Polvo de CaCO₃ (d₅₀ = 3.5 micrones) de Polychrom, Israel - "Girulite-8".

Talco (D₅₀ = 12.3 micrones) de Lusenac Val Chisone.

Emulsión Copolímera de acrilato de acetato vinílico (55% N.V.) de Cerafon, Israel

Acetato diglicol de butilo de Union Carbide.

Kathon LXE de Rohm & Haas.

Amoniaco (25%) de Frutarom, Israel.

Antioxidante (Irganox B225 ex Ciba Specialty Chemicals - Switzerland).

Lubricante (Cera PE 520 ex Hoechst-Celanese - USA).

Copolímero de polipropileno (Capilene-TR50 ex Carmel Olefins - Israel).

Instrumentos y Accesorios

1. pH metro/controlador; Jenco; Modelo 3671; Hecho en China.
2. pH electrodo; Industrias Hanna; tipo HI 1131B (Cánula de Vidrio).
3. Termómetro; Modelo Jenco 3671; Hecho en China.
4. Bomba Peristáltica; Watson-Marlow; Modelo 505u (velocidad variable).
5. Agitador; Ika; Modelo RW-20 (velocidad variable).
6. Disolvente; Hsiangtai; Modelo HD-550; Hecho en Taiwan
7. Ultra-turrax® T50; Ika; rotor d = 3.8 cm; armazón d = 4 cm.
8. Rotor tipo disco de d = 12 cm.
9. Rotor tipo disco de d = 8 cm.
10. Rotor tipo de cuchilla aserrada de d = 9 cm.
11. Rotor tipo de cuchilla aserrada de d = 4.8 cm.
12. Hidrociclono 2"; Mozely; P = 50 psi; buscador vortex = 11 mm; llave = 6.4 mm.
13. Bomba de vacío; Vacuumbrand GmbH; Modelo MD 4C.

14. Paños de filtro + Buchner con poros 8-10 μ m.
15. XRD (Difractometro de Rayos-X); Siemens D-500 para las fases cristalográficas.
16. SEM (Microscopio Electrónico de Escáneo); Jeol 5400 para las figuras de las partículas.
17. Colorímetro; Hunterlab D25-PC2 para medidas de blancura.
18. Colorímetro; instrumento ACS (Sistemas Aplicados de Color).
19. Baño ultrasónico (10 l); Selecta, España - "ULTRASONICS".
20. Limpiadores ultrasónicos (baños) de poder limitado (<100 Amp.Volt.) e.g. P-08890-01/06 ex Cole Parmer – USA.
21. Balance Analítico; Shekel Ltd., Israel.
22. Analizador HPLC; Analizador de Aguas HPLC (Detector 486 + Automostrador 717 + Pump 510 + millenium Software).
23. Columna HPLC; Phenomenex C18(250 mm x 4.3 mm; 5 μ m Tamaño de partícula).
24. AccPyc 1330 ex Micromeritics – USA.
25. Medidor de Brillo (Minigloss 101N ex Sheen Instruments – Inglaterra).
26. Reflectómetro (Ref. 310 Sheen-Opac ex Sheen Instruments – Inglaterra).
27. Mezclador de doble tornillo (L/D = 24 ex Dr. Collin – Alemania).
28. Máquina de inyección (25 t ex Dr. Boy – Alemania).
29. Agitador de Pantalla (Modelo Rotap RX-29-10 ex W.S Tyler Inc. – USA).
30. GC-MS para análisis de restos - de Modelo HP 5890/5971.

PREPARACION I - Preparación de Mezclas Acuosas de Hidróxido de Calcio:

La mezcla acuosa de hidróxido de calcio fue preparado en el laboratorio en un modo grupal de operación como sigue: 40 kg de agua de grifo fue introducido en 50 l. de reactor de acero inoxidable 316 que fue equipado con un revestimiento calentado de vapor, un termómetro y con el Disolvente Hsiangtal con un rotor de $d = 12$ cm. El Disolvente fue operado a 200 rpm, 4 kg de CaO (Shfeya) fueron añadidos al reactor durante menos de 10 min y la mezcla fue dejada a remover por 10-80 min. En ese momento la temperatura se elevó por encima de los 60°C y cuando alcanzó su temperatura máxima en 80-90°C, la combinación estaba lista para su purificación previa a la etapa de carbonación, como sigue:

- a. La mezcla pasó a una pantalla de acero inoxidable 316 para remover las partículas de $d > 2$ mm, y

b. La mezcla filtrada pasó un hidrociclón para remover partículas de $d > 50 \mu\text{m}$.

Notas:

En este punto la mezcla tibia acuosa de hidróxido de calcio para su uso en la etapa de carbonación y su temperatura fue mantenida en un valor prefijado al calentar la mezcla en el reactor anterior a fin de controlar la temperatura en el carbonador.

Los agente(s) activos potenciales y algunos aditivos opcionales podrían ser licuados en la mezcla tibia en una concentración prefijada antes de los pasos de purificación a. o b. o después de ello.

Este modelo grupal de operación es usado únicamente en las pruebas de laboratorio. Se dirige la planta de producción a ser operada bajo un modo continuo de operación, como se discute en el presente.

PREPARACION II - Preparación de Mezclas Acuosas de Hidróxido de Calcio:

La PREPARACION I fue repetida utilizando CaO de Arad, una materia prima sustancialmente más pura que aquella de Shfeya (la blancura respectiva es de $>95\%$ y $\sim 88\%$).

EJEMPLO 1 – Prueba de Pantalla para los Agentes Activos Potenciales:

Los posibles agentes activos fueron investigados para producir carbonato de calcio precipitado particular de acuerdo al siguiente procedimiento:

2 kg de agua de grifo se añadieron a 3,2 l de reactor de acero inoxidable 316 reactor (de diámetro interior $d = 15 \text{ cm}$ y longitud $\sim 18 \text{ cm}$), equipado con un revestimiento de vapor caliente, un electrodo PH, un termómetro y el disolvente Hsiangtal con un rotor de cuchilla aserrada de $d = 4,8$ (ver Figura 3). El disolvente operó a la velocidad prefijada y el gas de dióxido de carbono o un dióxido de carbono que contenga gas y la mezcla de hidróxido de calcio acuoso de la PREPARACIÓN I, ya conteniendo el agente activo fue alimentado simultáneamente al reactor, mientras mantenía el pH, la temperatura y el promedio de producción a valores prefijados. El producto fue recogido en la cima

del reactor, y las impurezas fueron descargadas en la base del reactor (naturalmente el producto producido de la base del reactor cuando el agente activo experimental no condujo a aragonito precipitado particular y a su flotación).

Los primeros 10 l de mezcla resultante fue descartada. La mezcla residual fue recogida y luego filtrada a través de un paño de filtración en el Buchner usando una bomba de vacío para desaguar el producto. El bloque de filtro fue secado durante doce horas a 120°C y las morfologías cristalográficas y las formas de los cristales de calcita precipitada y/o partículas de carbonato de calcio aragonito fueron determinados usando análisis XRD y SEM, respectivamente. Los resultados son mostrados en el Cuadro 1, posterior.

Los puntos establecidos del proceso - modo continuo de operación:

1. Velocidad de Rotor = 4000 rpm (Velocidad Punta ~ 10m/s.).
2. pH = 9,5.
3. Temperatura = 85°C.
4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10% (wt) = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor pH prefijado).
6. Concentración potencial de agente activo = 1 wt. %, en base a CaCO_3 .

CUADRO 1- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 1

Prueba #	Agente Activo	Número de Carbonos	Producto (Isomorfo)
1	Acido propionico	3	Calcita
2	Acido láctico	3	Calcita
3	Acido pirúvico	3	Calcita
4	Acido acrílico	3	Calcita
5	Acido metoxiacético	3	Calcita
6	Acido metacrílico	4	Calcita
7	Acido butanoico	4	Calcita
8	Acido pentanoico	5	Calcita
9	Acido hexanoico	6	Calcita
10	Acido heptanoico	7	Calcita
11	Acido octanoico	8	Calcita
12	Acido ftálico	8	Calcita
13	Acido Tereftálico	8	Calcita
14	Acido 2-Etilhexanoico	8	Calcita
15	Acido nonanoico	9	Aragonito
16	Acido nonanoico*	9	Aragonito
17	Acido azelaico	9	Calcita
18	Acido trimelítico	9	Calcita
19	Acido decanoico	10	Aragonito
20	Acido decanoico	10	Aragonito
21	Decanoato de sodio	10	Aragonito
22	Decanoato de potasio	10	Aragonito
23	Decanoato etílico	12	Aragonito
24	Cloruro de canoleo	10	Aragonito
25	Acido anhídrido decanoico	20	Aragonito
26	Acido undecanoico	11	Aragonito
27	Acido undecanoico*	11	Aragonito
28	Acido 4-Butilobenzoico	11	Calcita
29	Acido dodecanoico**	12	Calcita
30	Acido Palmítico	16	Calcita
31	Acido Estearico	18	Calcita
32	Acido Oleico	18	Calcita
33	MgCl ₂	-	Calcita
34	AlCl ₃	-	Calcita
35	C ₁₂ H ₂₅ CO ₂ H (LABSA)	18	Calcita

* - Fue bombeado continua y directamente dentro del carbonador.
 **- Este experimento condujo a calcita mayormente (de una pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito+calcita)) ~20%-25%) y a gravedad específica (S. G.)=2,54 g/cm3 (medidos de acuerdo al Ejemplo 14A), que se encuentra fuera de los límites del invento actual (S. G. < 2,5 g/cm3). Sin embargo, el uso del gas que contiene CO2 (26% por volumen de CO2 y 74% por volumen de Aire) y 1.5% ácido dodecanoico en un experimento similar al descrito en el Ejemplo 10, conducido a un producto de aragonito mayormente (de una pureza cristalográfica (aragonito: (aragonito + calcita)) >50%) y a una gravedad específica (S. G.)=1,78 g/cm3 (medidos de acuerdo al Ejemplo 14A).

EJEMPLO 2 – UNA PRUEBA DE PANTALLA PARA COMPUESTOS INTERFERENTES:

El EJEMPLO 1 fue repetido, excepto que en todos los experimentos 1% (wt; en base al carbonato de calcio) el ácido decanoico fue premezclado en la alimentación de mezcla acuosa de hidróxido de calcio y en cada experimento se añadió un agente activo experimental adicional para estudiar su efecto en la actividad del ácido decanoico. Los resultados se muestran en el Cuadro 2, posterior.

Los puntos establecidos del proceso – modo continuo de operación:

- 1. Velocidad de Rotor = 4000 rpm (Velocidad Punta ~ 10 m/s.)
pH = 9,5.
Temperatura = 85°C.
- 4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
- 5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10% (wt) = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
- 6. Concentraciones activas de agentes = 1 wt.% ácido decanoico + 1 wt.% el agente activo potencial en base a CaCO₃.

Cuadro 2- los resultados del EJEMPLO 2

Prueba #	AgenteActivo	Número de Carbonos	Producto(Isomorfo)
1	Acido propionico	3	Aragonito
2	Acido láctico	3	Aragonito
3	Acido pirúvico	3	Aragonito
4	Acido acrílico	3	Aragonito
5	Acido metoxiacético	3	Aragonito
6	Acido metacrílico	4	Aragonito
7	Acido butanoico	4	Aragonito
8	Acido pentanoico	5	Aragonito
9	Acido hexanoico	6	Aragonito
10	Acido heptanoico	7	Aragonito

11	Acido octanoico	8	Aragonito
12	Acido ftálico	8	Calcita
13	Acido 2-Etilhexanoico	8	Aragonito
14	Acido nonanoico	9	Aragonito
15	Acido azelaico	9	Aragonito
16	Acido trimelítico	9	Calcita
17	Acido decanoico	10	Aragonito
18	Acido undecanoico	11	Aragonito
19	Acido 4-ButilBenzoico	11	Aragonito
20	Acido dodecanoico	12	Aragonito
21	Acido palmítico	16	Aragonito
22	Acido esteárico	18	Aragonito
23	Acido oleico	18	Aragonito
24	MgCl ₂ -	-	Aragonito
25	AlCl ₃ -	-	Aragonito
26	C ₁₂ H ₂₅ CO ₂ H (LABSA)18		Aragonito

EJEMPLO 3 – UNA FORMA GRUPAL DE OPERACIONES:

Se intentó una forma grupal de operaciones, cuyos parámetros fuesen tan cercanos como sea posible a aquellos del EJEMPLO 1. Se obtuvo solamente calcita precipitada particular de forma romboédrica. No se pudo obtener aragonito precipitado particular cuando se utilizó ácido decanoico o ningún otro agente activo que fuese mencionado como efectivo en el EJEMPLO 1. El experimento se condujo como sigue:

Los agentes activos fueron investigados al producir partículas de carbonato de calcio precipitadas de acuerdo al siguiente procedimiento:

2 kg de mezcla acuosa de hidróxido de calcio, que ya contiene el agente activo correspondiente (ver EJEMPLO 1) fueron añadidos a los 3,2 l del reactor 316 acero inoxidable del EJEMPLO 1. El Disolvente fue operado a 4000 rpm, la temperatura fue mantenida a 85°C y el índice de producción fue determinado al controlar el índice de alimentación del gas de dióxido de carbono. La carbonación

se detuvo después de aproximadamente 20 min -30 min, cuando el pH alcanzó 7. La combinación del producto fue entonces retirada del reactor a través de su salida en la base.

La mezcla resultante fue entonces filtrada por medio de un paño de filtro en el Buchner usando una bomba de vacío para desaguar el producto. El bloque de filtro fue luego secado durante 12 hr a 120°C y las morfologías cristalográficas y las formas de los cristales de la partículas precipitadas de calcita fueron determinadas usando análisis XRD y SEM, respectivamente. Como se mencionó anteriormente, no se obtuvieron partículas de aragonito precipitado.

Los puntos especificados del proceso – forma grupal de operación:

1. Velocidad del Rotor = 4000 rpm (Velocidad Punta ~ 10m/s.).
2. pH = ~14 $\rightarrow$ 7.
3. Temperatura = 85°C .
4. Índice de fluido de dióxido de Carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10% (wt) = 2 kg.
6. Concentración potencial de agente activo = 1 wt.%, en base a CaCO_3 .

EJEMPLO 4 – ESTUDIOS PARAMÉTRICOS – EL EFECTO DE LA TEMPERATURA:

Se condujeron experimentos similares al EJEMPLO 1 utilizando ácido decanoico. Los resultados son como sigue:

Los puntos específicos del proceso – modo continuo de operación:

1. La Velocidad de Rotor = 4800 rpm (Velocidad Punta ~ 12 m/s.).
2. pH = 9,5.
3. Temperatura = variable.
4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).

Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).

5. Concentración de agente activo = ácido decanoico; 0,5 wt.%, en base al CaCO_3 .

CUADRO 3- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 4.

Prueba#	Temperatura°C	Fase MinerológicaXRD
1	87	Aragonito
2	80	Aragonito
3	70	Aragonito
4	60	Aragonito
5	50	Calcita

EJEMPLO 5 – ESTUDIOS PARAMÉTRICOS – EFECTOS DEL PH:

Se llevaron a cabo experimentos similares al EJEMPLO 1 utilizando solamente ácido decanoico. Los resultados son como sigue:

Los puntos establecidos del proceso – forma continua de operación:

1. Velocidad de Rotor = 4800 rpm (Velocidad Punta ~ 12 m/s.).
2. pH = variable.
3. Temperatura = 87°C.
4. Indica de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr)
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
6. Concentración de agente activo = ácido decanoico; 0,5 wt.% en base a CaCO₃.

CUADRO 4- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 5

Prueba #	pH	Fase Minerológica XRD
1	10	Aragonito
2	9,5	Aragonito
3	9	Aragonito
4	8,5	Aragonito
5	8,0	Calcita
6	7,0	Calcita

EJEMPLO 6 – ESTUDIOS PARAMÉTRICOS – EFECTOS DE LA CONCENTRACIÓN DE AGENTE ACTIVO

Experimentos similares al ejemplo 1 se realizaron usando solamente ácido decanoico. Los resultados son los siguientes:

Los puntos establecidos del proceso-forma continua de operación:

- 1. Velocidad del rotor = 4800 rpm (velocidad punta –12m/s.)
- 2. pH = 9,5.
- 3. Temperatura = 87°C.
- 4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
- 5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio –10% (wt)= -6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado de pH).
- 6. Concentración de agente activo = ácido decanoico; variable wt,%; basado en CaCO3.

CUADRO 5 – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 6

TEST #	Acido Decanoico % (wt)	Fase Mineralogica XRD
1	1,0	Aragonito
2	0,5	Aragonito
3	0,3	Aragonito + Calcita*
4	0,2	Aragonito + Calcita*
5	0,1	Calcita

* - A una pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita))<90%.

Nota: Aunque el objetivo del invento actual se basa en la obtención de carbonato de calcio aragonito precipitado particular puro de pureza cristalográfica (fase aragonito/(fase aragonito + fase calcita)) 90% e incluso >95%, existen sin embargo aplicaciones que pueden utilizar combinaciones de estos isomorfos donde dicha pureza cristalográfica es <90%, y dichas combinaciones se encuentran dentro del ámbito del invento actual. En tales casos las condiciones límites del invento actual (ver Pruebas #3 y #4, anteriores) podrían sin embargo ser utilizadas.

EJEMPLO 7 – ESTUDIOS PARAMÉTRICOS – EL EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DE CA(OH)

Se condujeron experimentos similares al EJEMPLO 1 utilizando solamente ácido decanoico. Los resultados son como siguen:

Los puntos específicos del proceso – modo continuo de operación:

- 1. Velocidad de rotor = 4800 rpm (Velocidad Punta ~ 12m/s.).
- 2. pH = 9.5.
- 3. Temperatura = 87°C.
- 4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr)
- 5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -variable wt.% = ~ variable L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
- 6. Concentración de agente activo = ácido decanoico; 0,5 wt.% en base a CaCO₃.

CUADRO 6- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 7

Prueba #	Sólidos en Cal Apagada % (wt)	Fase mineralógica XRD
1	8	Aragonito
2	4	Aragonito
3	3	Aragonito + Calcita*
4	2	Aragonito + Calcita*
5	1	Calcita

* - Una pureza cristalográfica (aragonito : (aragonito + calcita)) <90% y c.f. la nota anterior al final del Ejemplo 6.

EJEMPLO 8 – ESTUDIOS PARAMÉTRICOS – EFECTO DE VELOCIDAD DE ROTOR:

Se llevaron a cabo experimentos similares al EJEMPLO 1 utilizando ácido decanoico. Los resultados son como siguen:

Los puntos específicos del proceso – forma continua de operación:

- 1. Velocidad de Rotor = rpm variable (Velocidad Punta ~ variable).
- 2. pH = 9,5.

3. Temperatura = 87°C.
4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H (l/hr).
5. Mezcla de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
6. Concentración del agente activo = ácido decanoico; 0,5 wt.% en base a CaCO₃.

CUADRO 7- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 8

Prueba #	Velocidad de Rotor rpm	Velocidad Punta m/s.	Fase Minerológica XRD
1	10000	25	Aragonito
2	4800	12	Aragonito
3	2000	5	Aragonito + Calcita*
4	1000	2,5	Calcita

* - Una pureza cristalográfica (aragonito : (aragonito + calcita)) <90% y c.f. la nota anterior al final del Ejemplo 6.

EJEMPLO 9 – ESTUDIOS PARAMÉTRICOS – EFECTOS DEL ÍNDICE DE FLUIDO DEL CO₂ (F.R.)

Se condujeron experimentos similares al EJEMPLO 1 utilizando únicamente ácido decanoico. Los resultados son como siguen:

Los puntos específicos del proceso – forma continua de operación:

1. Velocidad de Rotor = 4800 rpm (Velocidad Punta ~ 12 m/s.).
2. pH = 9,5.
3. Temperatura = 87°C .
4. Índice de fluido de dióxido de carbono = L.P.H. variable (l/hr)
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -variable wt.% = ~ variable L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
6. Concentración de agente activo = ácido decanoico; 0,5 wt.% en base a CaCO₃.

CUADRO 8- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 9

Prueba #	Indice de Fluido CO ₂ L.P.H.	Fase mineralógica XRD
1	240	Aragonito
2	180	Aragonito
3	120	Aragonito

**EJEMPLO 10 – ESTUDIOS PARAMÉTRICOS – EL EFECTO DEL
CO₂/PROPORCIÓN DE AIRE:**

Se condujeron experimentos similares al EJEMPLO 1 utilizando ácido decanoico. Los resultados son como sigue:

Los puntos específicos del proceso – forma continua de operación:

1. Velocidad del Rotor = 4800 rpm (Velocidad Punta ~ 12 m/s.).
2. pH = 9.5.
3. Temperatura = 87°C.
4. Indice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
5. Mezcla de hidróxido de calcio (de Shefya) -10% (wt) = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
6. Concentración del agente activo = ácido decanoico; 0.5 wt.%; en base al CaCO₃.
7. Aire = variable.

CUADRO 9- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 10

Prueba #	Aire/CO ₂	Fase mineralógica XRD
1	0	Aragonito
2	0,33	Aragonito
3	0,66	Aragonito

**EJEMPLO 11 – El efecto del Agente Activo en el Contenido del Bloque de filtro
Húmedo :**

Se condujeron experimentos similares al EJEMPLO 1 utilizando únicamente ácido decanoico. El contenido del CaCO_3 en el bloque húmedo de filtro fue determinado después del secado de 12 hr a 120°C . Relativamente puro (la fase de aragonito/(fase de aragonio + fase calcita)) $\geq 95\%$ y se obtuvieron partículas de carbonato de calcio de aragonito precipitadas aciculares secas. Los resultados son como siguen:

Los puntos específicos del proceso – forma continua de operación:

1. Velocidad de Rotor = 4800 rpm (Velocidad Punta ~ 12 m/s.).
2. pH = 9,5.
3. Temperatura = 90°C .
4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
6. La concentración del agente activo = ácido decanoico; 0,7; 1,0; 2,0 wt.%; en base a CaCO_3 .

CUADRO 10 - LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 11

Prueba #	Dosis % (wt)	Producto (Isomorfo)	CaCO_3 % (wt)*	Pureza Cristalográfica**
1	0,7	Aragonito	>80	$\geq 95\%$
2	1,0	Aragonito	>80	$\geq 95\%$
3	2,0	Aragonito	>80	$\geq 95\%$

* - % (wt) $\text{CaCO}_3 = 100 \times \text{wt. De bloque de filtro seco} / \text{wt. Del bloque de filtro húmedo}$.

** - Como se determinan por los análisis XRD (para Prueba #2 - ver Figs. 4 y 5)

Nota:

Al escoger condiciones relativamente estándares para el proceso actual, es factible reducir el contenido de agua en el bloque de filtro humedo inferior a los 20 wt.%.

EJEMPLO 12 – EL EFECTO DEL AGENTE ACTIVO SOBRE LA RESISTIVIDAD A LOS ACIDOS:

Se condujeron experimentos similares al EJEMPLO 1 utilizando ácido decanoico únicamente, la resistividad de las muestras secas a soluciones ácidas acuosas que son determinadas como sigue. Una solución 5 l de HCl en el agua a pH=3,5 fue preparado para todos los experimentos siguientes, a fin de asegurar iguales condiciones experimentales de inicio. 100 ml de esta solución HCl fueron vaciados a un cilindro graduado de 100 ml, se agregaron 5 g precipitados de partículas de CaCO_3 y se midió el pH luego de 20 min. La evolución del CO_2 fue observado visualmente, como lo fue el comportamiento de la muestra comercial #C, la calcita #BM-37, y se encontró que las muestras de aragonito del invento actual (#12-3, #12-4, #12-5) fueron marcadamente distintas. Resulta valioso observar que la muestra #12-5 produjo pocas burbujas que no se separaban de la superficie de las partículas precipitadas de aragonito. Los resultados son los siguientes:

Los puntos específicos del proceso – modo continuo de operación:

1. Velocidad de Rotor = 5200 rpm (Velocidad Punta ~ 13 m/s.).
2. pH = 9,5.
3. Temperatura = 90°C.
3. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
4. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
5. Concentración del agente activo = ácido decanoico; 0,7%; 1,0 %; 2% wt.% en base a CaCO_3 .

CUADRO 11- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 12

Prueba #	Muestra #	Agente activo (wt.%)	Producto (Isomorfo)	PH Después de 20 min	Nota
1	C*	Desconocido	Aragonito	>6	Evolución Violenta de CO_2
2	BM-37**	1.0	Calcita	>5	Evolución de CO_2
3	12-3	0.7	Aragonito	<4	Evolución ligera de CO_2
4	12-4	1.0	Aragonito	<4	Evolución ligera de CO_2
5	12-5	2.0	Aragonito	<4	Sin Evolución de CO_2

* - PCC Comercial - Aragonito; de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40** - Esta muestra fue tomada del modo grupal de operación en el EJEMPLO 3.

Nota: Por elección de condiciones relativas estándares para el actual proceso, es posible incrementar la resistencia del producto usando ácidos de muy bajas concentraciones del agente activo y obtener un producto mejor para la industria del papel de cuyos procesos son ácidos y para la industria de revestimiento de pinturas durables para ambientes ácidos.

EJEMPLO 13 – EFECTOS DE MATERIA PRIMA/PROCESOS SOBRE BLANCURA DEL PRODUCTO:

Se condujeron EJEMPLO 1 y EJEMPLO 3 usando mezclas de hidróxido de calcio acuoso usando mezclas de PREPARACIÓN 1 y de PREPARACIÓN II para comparar.

La blancura de los productos fue comparada.

Los resultados son los siguientes:

Los puntos establecidos del proceso – forma de operación continua:

1. Velocidad del rotor = 4000 rpm (velocidad punta – 10/s.).
2. pH = 9,5.
3. Temperatura = 85°C.
4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr)
5. Mezcla de hidróxido de calcio acuosa (de Arad/Shfeya)-10 wt.%=6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado de PH).
6. Concentración del agente activo = ácido decanoico; 1 wt.% en base a CaCO_3 .

Los puntos específicos del proceso – forma grupal de operación:

1. Velocidad del Rotor = 4000 rpm (Velocidad Punta ~ 10 m/s).
2. pH = ~14 → 7.
3. Temperatura = 85°C.
4. Índice de Fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Arad/Shfeya) - 10 wt.% = 2 kg.

6. La concentración activa del agente = ácido decanoico 1 wt.% en base a CaCO_3 .

CUADRO 12 – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 13

CaO de Arad (blancura = >95%)		CaO de Shfeya (blancura = ~88%)	
Continuo	Grupo	Continuo	Grupo
AR-83A	BM37A	AR-83	BM37
Aragonito CaCO_3	Calcito CaCO_3	Aragonito CaCO_3	Calcita CaCO_3
Blancura=98-9%	Blancura=97-8%	Blancura=97-9%	Blancura=92-5%

Notas:

1. Cuando la materia prima (CaO) es relativamente pura, la blancura de los productos (AR-83A and BM37A) no es (y no debe ser) muy diferente. Sin embargo, cuando el CaO es relativamente impuro, la blancura de las partículas del aragonito precipitado (AR-83) es dramáticamente más alto que el calcito correspondiente (BM37), debido al efecto único del proceso del invento actual.
2. La blancura del aragonito precipitado particular obtenido de acuerdo al proceso actual adquiere alta calidad, independientemente de la fuente de hidróxido de calcio.

EJEMPLO 14 – EL EFECTO DEL AGENTE ACTIVO/ PROCESO SOBRE LA GRAVEDAD ESPECÍFICA (S.G.) DE CARBONATO DE CALCIO PARTICULAR PRECIPITADO:

El EJEMPLO 1 fue repetido utilizando la mezcla acuosa de hidróxido de calcio de PREPARACION I, excepto que la concentración del ácido decanoico fue gradualmente incrementado.

(A) Determinación de la Gravedad Específica (S.G.) en Aceite Elevado de un Producto Secado a 120°C

1. El bloque de filtro húmedo de la muestra CaCO_3 fue secado durante 12 hr a 120°C para retirar toda el agua fria.
2. Una cantidad pesada de la muestra seca de CaCO_3 (Wc) + una cantidad pesada de aceite elevado (Wo) (Densidad de 0,93 g/cm³) fueron introducidos a un vaso de análisis de 1 l.

3. La combinación fue mezclada con el Disolvente HD-550 Hansiangtal durante 10 min, en 4000 rpm (utilizando un rotor de cuchilla aserrada de $d = 4,8$ cm).

4. La mezcla fue vaciada a una columna graduada de instalación de vidrio y fue sondada en forma suave en un baño de ultrasonido durante 20 min, hasta que las burbujas atrapadas visibles fueron liberadas desde la superficie de las partículas PCC. A fin de no destruir la estructura del producto "poroso" del invento actual mientras es sondada, con lo cual conduce a valores S.G. más altos, se recomienda el uso de limpiadores ultrasónicos (baños) de poder limitado (<100 Amp.Volt.) ejemplo P-08890-01/06 ex Cole Parmer – USA, es recomendado.

5. La columna de instalación fue entonces evaluada a 20-22°C por:

- (a) el volumen de la mezcla - V
- (b) el peso neto total de la mezcla - W

En base a las medidas anteriores, se calculó lo siguiente:

- (1) de la ecuación: $D = W/V$ g/cm³, la densidad de la mezcla;
- (2) de la ecuación $1/D = [W_c(W_o + W_c)]/S.G. + [W_o(W_o+W_c)]/0.93$, el S.G. de la muestra del CaCO₃ fue calculado.

6. La densidad del peso suelto (B.D.) del polvo seco fue medido usando un cilindro balanceado y graduado (c. f. El procedimiento exacto en el EJEMPLO 14 (F).

Los puntos específicos del proceso – forma continua de operación:

- 1. Velocidad del rotor= 4000 rpm (Velocida Punta ~ 10 m/s.)
- 2. pH = 9,5.
- 3. Temperatura = 85°C.
- 4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 180 L.P.H. (l/hr).
- 5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
- 6. La concentración del agente activo = el ácido decanoico; 0,5; 1; 2; 5; 2; 1 wt.% en base a CaCO₃.

Los resultados son como sigue:

CUADRO 13 – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 14 (A)

Prue ba #	Código De Muestra	Agente Activo	Dosis (wt.%)	Fase Minerológica XRD	S.G. [†] g/cm ³	B.D. [†] Suelto g/cm ³
1	Natural CaCO ₃	-	-	Calcita	2,63	0,65
2	BM-37*	acido decanoico	1	Calcita	2,54	0,37 ^{BM}
3	C**	N.A.	N.A.	Aragonito	2,56	0,54
4	AR-81	acido decanoico	0.5	Aragonito	2,02	0,31
5	AR-83	acido decanoico	1	Aragonito	1,90	0,30
6	AR-118	acido decanoico	2	Aragonito	1,75	0,25
7	AR-119	acido decanoico	5***	Aragonito	1,67	0,29
8	AR-135	acido nonaico	1	Aragonito	1,88	0,31
9	AR-120	acido decanoico	2 [^]	Aragonito	1,72	0,23

* - La muestra fue tomada del modo grupal de operación en el – EJEMPLO 3

** - PCC Comercial PCC – Aragonito; of Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40.

*** - 5g de AR-119 fueron disueltos en una solución de 10% HCl. El ácido decanoico fue extraído con 1,2-dicloroetano. Los análisis HPLC que utilizan una columna C18 revelaron un 4,93% (wt; en base al carbonato de calcio) de este ácido en la muestra.

[^] - 50ppm de ácido fosfórico fueron utilizados en adición al ácido decanoico para incrementar la proporción del aspecto de aragonito acicular.

[†] - Un polvo seco después del secado durante 12 horas en 120°C.

BM – El relativamente escaso L.B.D. de este producto no debe ser comparado al otro L.B.D. de las pruebas=3-9, como BM-37 es una forma de calcita, mientras los otros consituyen una forma de aragonito acicular.

N.A. – No disponible.

Notas:

1. La determinación de una gravedad específica (S.G.) de carbonato de calcio de aragonito precipitado particular del invento actual, en un orden inferior a los 2,5 g/cm³ (después de secado a 120°C durante doce horas como se describió anteriormente, así como después del encendido del material secado a 500°C

durante 8 hr) es realmente una prueba importante y decisiva para considerar si la tecnología que fue utilizada se encuentra bajo el dominio del invento actual.

2. Solamente la inclusión del gas (posiblemente, como burbujas diminutas o "ampollas") en poros cerrados pueden explicar la reducción dramática del S.G. del carbonato de calcio de aragonito precipitado del invento actual. EL L.O.D. y el L.O.I. en las pruebas últimas (ver (B) y (C), respectivamente) no dejan muchas opciones lógicas para explicar este fenómeno. También, esto es de acuerdo con los hechos i. Que el producto del invento actual se obtiene bajo condiciones de flotación, y ii) que el alto poder de ocultación de la pintura, en que el carbonato de calcio de aragonito precipitado particular del invento actual, fue utilizado, son posiblemente debido al índice efectivo refractor de este producto del invento actual, que es mucho más alto que el esperado de productos similares que son producidos de acuerdo al arte previo (ver información recolectada en el EJEMPLO 15 y la comparación hecha a las formulaciones de pintura que se basaron en materias primas del arte previo).

3. La idea de utilizar partículas porosas, para incrementar el índice efectivo refractor en revestimientos, no es nuevo. Por ejemplo, Rohm & Haas producen una serie de dichos productos, por ejemplo Ropaque® OP96 y Ropaque® OP3000. Sin embargo, estas partículas son de una naturaleza orgánica polimérica cuyo costo y adaptación al ambiente no se compara con las partículas precipitadas de carbonato de calcio.

(B) La Determinación de la Gravedad Específica (S.G.) en el Aceite Alto de un Producto Calcinado a 300°C

1. El bloque filtrador húmedo de la muestra de CaCO_3 fue secado durante 12 hr a 120°C para remover toda el agua libre.
2. La muestra seca pesada fue calentada durante 8 hr a 300°C. El siniestro en el secado (L.O.D.) fue entonces determinado.
3. El S.G. del polvo calentado fue medido de la forma anterior (ver (A)).
4. La densidad del peso suelto (B.D.) del polvo seco fue medido usando un cilindro balanceado y graduado (c. f. El procedimiento exacto en el EJEMPLO 14 (F)).

Los resultados son como siguen:

CUADRO 14- LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 14 (B)

Prueba #	Código de Muestra	Agente Activo	Dosis (wt. %)	L.O.D.wt. % 300°C	S.G. † g/cm³	B.D. † Suelto g/cm³
10	Natural CaCO ₃	-	-	0,10	2,63	0,651
11	BM-37*	Acido decanoico	1	2,21	2,64	0,372
12	C**	N.A.	N.A.	1,3	2,63	0,54
13	AR-81	Acido decanoico	0.5	0,83	2,19	0,255
14	AR-83	Acido decanoico	1	0,89	2,11	0,265
15	AR-118	Acido decanoico	2	2,32	2,03	0,200
16	AR-119	Acido decanoico	5	5,73	2,01	0,200
17	AR-135	Acido nonanoico	1	0,95	2,12	0,238
18	AR-120	Acido decanoico	2^	2,27	2,02	0,235

* - La muestra fue tomada de modo grupal de operación en EJEMPLO 3.

** - PCC comercial-aragonito; de Speciality Minerals INC. (SMI); Opacarb® A40.

^ - 50 ppm de ácido fosfórico fueron utilizados en adición al ácido decanoico.

† - Un polvo seco después del calentado a 8 horas a 300°C

N.A – No disponible

(C) Determinación de la Gravedad Específica (S.G) en el Aceite Alto de un Producto Calcinado a 500°C

1. La muestra del bloque de filtro húmedo de CaCO₃ se seco por 12 hr a 120°C para remover toda el agua libre.

2. La muestra seca fue calcinada por 8 horas a 500°C. La pérdida sobre el encendido (L.O.I.) se determinó después.
3. El S.G. del polvo calcinado fue medido de la forma anterior.
4. La densidad del polvo suelto (B.D.) del polvo seco fue medido utilizando una balanza y un cilindro graduado (c.f.) el procedimiento exacto en el EJEMPLO 14 (F). Los resultados los siguientes:

Prueba #	Código de Muestra	Dosis % (wt)	L.O.I. % (wt) 500°C ^{^^}	S.G. [†] g/cm ³	B.D. [†] Suelto g/cm ³
19	Natural CaCO ₃	-	0,18	2,70	0,75
20	BM-37	1*	2,58	2,60	0,38
21	C**	N.A.	2,02	2,71	0,55
22	AR-81	0.5	1,32	2,13	0,23
23	AR-83	1	1,44	2,03	0,22
24	AR-118	2	2,07	2,01	0,18
25	AR-119	5***	5,25	1,93	0,19
26	AR-135	1	1,44	2,01	0,24
27	AR-120	2 [^]	2,37	1,91	0,18

- * - La muestra fue tomada del modo grupal de operación en – EJEMPLO 3.
- ** - PCC Comercial- Aragonito; de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opecarb® A40.
- *** - 5g of AR-119 fueron disueltos en una solución de HCl al 10%. No se detectó, ni se extrajo ningún ácido, como se esperaba de dichas moléculas cuando ellas fueron sometidas al calor durante 8 horas a 500°C.
- [^] - 50ppm de ácido fosfórico fueron utilizados adicionalmente al ácido decanoico.
- ^{^^} - El Aragonito se convierte en calcita a T > 400°C.
- [†] - Cuadro 13 – los resultados del EJEMPLO 14 (A) horas a 500°C.
- N.A. – No disponible.

(D) Determinación de la Gravedad Específica (S.G.) – por un Picnómetro a Gas
 El polvo CaCO₃ (d₅₀=3.5 micrones) de Polychrom, Israel - "Girulite-8" y AR-118, un producto del invento actual, fueron evaluados en un AccPyc 1330 ex Micromeritics – USA. Los resultados se muestran en el Cuadro 15a como sigue:

5

CUADRO 15A – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 14 (D):

Código de la Muestra	Prueba #	S. G. (g/cm³)	Promedio S.G. (g/cm³)
G-8	1	2,7544	2,7538
	2	2,7549	
	3	2,7547	
	4	2,7529	
	5	2,7523	
AR-118	1	2,9070	2,8903*
	2	2,8918	
	3	2,8932	
	4	2,8846	
	5	2,8750	

* - Este experimento demuestra que: (i) el producto del invento actual es permeable al aire (especialmente bajo el vacío y presión) y (ii) el vacío del invento actual no hubiere sido descubierto sin esta técnica de rutina usada para determinar el S.G. de los productos del invento actual y aquellos expertos en el arte pudieron observar el fenómeno íntegro del PCC "poroso", que es la base de este invento.

(E) Determinación Final de la Gravedad Específica (S.G.) de un producto Calcinado a 500°C

En la mayoría de ejemplos prácticos el uso del EJEMPLO 14(A) y el EJEMPLO 14(C) para determinar la gravedad específica de los productos PCC, podría no originar ninguna disputa, y una persona del arte puede observar fácilmente que un producto del invento actual es relativamente distinto de un producto del arte previo, simplemente al observar la diferencia considerable entre la densidad aparente del peso (suelto) (L.B.D.) de las partículas de aragonito del invento actual, comparados con aquellas de las partículas de aragonito del arte previo. (Cuadros 13, 14 y 15). Sin embargo, cuando la gravedad específica (S. G.) de las partículas PCC es relativamente cercana a 2.5 g/cm³, la exactitud del método analítico podría ser de suma importancia. En tales casos, especialmente, la determinación de los valores S.G. debe conducirse como sigue:

(a) El S.G. debe ser determinado de acuerdo a (i) EJEMPLO 14(A) y (ii) EJEMPLO 14(C) solamente (es decir, la muestra de desaguado del producto debe ser encendida en 500C sin secarla primero, o bajo estas condiciones de práctica acostumbrada en el arte previo). Estas pruebas deben conducirse durante tres

veces y el valor promedio determinado representará el resultado final en cada caso, (i) y (ii).

(b) El más bajo de los resultados S.G. obtenido para un producto particular en (a) de acuerdo tanto a (i) y (ii), independientemente, determinará si el producto (y el proceso) se mueve dentro del ámbito del invento actual (de acuerdo a la incorporación donde el S.G. sea determinativo).

(F) La Determinación de la Densidad del Peso Suelto (L.B.D.) de un Producto Secado a 120°C

Una muestra secada a 120°C durante doce horas, fue desaglomerada suavemente utilizando un mortero/pistadero y colado a través de una pantalla de 0.6 mm. Se determinó el L.B.D. del poder fino que atravesó la pantalla, en forma separada e independiente de los análisis S.G. (ver EJEMPLO 14 (E)) y los análisis T.B.D. (ver EJEMPLO 14 (G)), de acuerdo al ASTM D1895. Los resultados promedios, de tres repeticiones de la prueba, son ya mostrados en el Cuadro 13 (anterior) y ahora en el Cuadro 15b como sigue:

CUADRO 15B – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 14 (F)

Prueba #	Código de Muestra	Agente Activo	CO ₂ (%)	Dosis (wt%)	L.B.D. 120°C (g/cm ³)	L.B.D. ⁸ 500°C (g/cm ³)
28	Natural CaCO ₃	-	-	-	0,65	0.75
29	GCC-8 ¹	-	-	-	0,65	0.56
30	GCC-8 ²	A. Decanoico	N.A.	2.0	0,64	0.56
31	PCC ³	N.A.	N.A.	N.A.	0,71	0.55
32	PCC ⁴	A. Decanoico	N.A.	2.0	0,70	0.53
33	OM-85 ^A	-	-	-	0,66	0,49
34	UPCC ^B	N.A.	N.A.	N.A.	0,50	0,37
35	AR-81	A. Decanoico	100.0	0.5	0,31	0,23
36	AR-83	A. Decanoico	100.0	1	0,30	0,22
37	AR-118	A. Decanoico	100.0	2	0,25	0,18
38	AR-119	A. Decanoico	100.0	5**	0,29	0,19
39	AR-135	A. Decanoico	100.0	1	0,31	0,24
40	AR-120	A. Decanoico	100.0	2***	0,23	0,18
41	ARP-35	A. Decanoico	26.0	1.5	0,33	0,18
42	ARP-36	A. Decanoico	26.0	2.0	0,33	0,20
43	ARP-61	A. Decanoico	100.0	2.0	0,38	0,25
44	ARP-62-1	A. Decanoico	100.0	3.0	0,31	0,28
45	ARP-51	A. Laurico	26.0	1.5	0,31	0,17
46	ARP-65	A. Laurico	50.0	1.5	0,38	0,21

Reg. 1452201

47	ARP-76 ^o	A. Undecilénico	50.0	1.5	0,38	0,18
48	ARP-77	A. Mirístico	50.0	1.5	0,37	0,18
49	ARP-70 ¹	A. Steárico	50.0	1.5	0,37	0,19
50	ARP-71	A. Isosteárico	50.0	1.5	0,69	0,53
51	ARP-72	A. Oleico	50.0	1.5	0,92	0,53
52	ARP-83	A. Palmítico	50.0	1.5	0,86	0,54

^{**} - 5g de AR-119 fueron disueltos en una solución de HCl al 10%. El ácido no decanoico podría ser detectado o extraído, como se espera de dichas moléculas cuando son sujetas a calentamiento durante 8 horas a 500°C.

^{***} - 50ppm de ácido fosfórico fueron utilizados además del ácido decanoico.

¹ - "Girulite-8" polvo de CaCO₃ (d₅₀=3.5 micrones) ex Polychrom - Israel.

² - "Girulite-8" polvo de CaCO₃ (d₅₀=3.5 micrones) ex Polychrom - Israel, que fue revestido usando el 2 wt% n-ácido decanoico.

³ - PCC Comercial- Aragonito (SSA = 12 m²/g); de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40.

⁴ - PCC Comercial- Aragonito; de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40, que fue revestido utilizando el 2 wt% de ácido n-decanoico.

⁵ - 50ppm of ácido fosfórico fueron utilizados además del ácido decanoico.

⁶ -El espectro XRD y el SEM son presentados en la Fig. 6 y Fig. 7, respectivamente.

⁷ -El espectro XRD y el SEM de ARP-70 son presentados en la Fig. 8 y Fig. 9, respectivamente.

⁸ - El L.B.D. del poder calcinado fue determinado de manera similar.

[^] -Acido estearico ultrafino comercial revestido - UFT 95 GCC calcita natural (95 wt% pasa tamaño 2μ) ex Omya-Pluess-Stauffer - Suiza.

⁸ - Cacido esteárico ultrafino comercial (SSA = 19 m²/g) revestido - Ultraflex calcita PCC ex SMI - USA.

N.A. - No Disponible.

Los resultados en los Cuadros 13 y 15b representan los productos del invento actual si ellos tienen un L.B.D. <0,55 g/cm³. Sin embargo, estos resultados cuentan, si el SSA (BET) de las muestras específicas en la prueba son <15 m²/g y ellas son revestidas por los agentes activos respectivos que fueron usados (a fin de minimizar las variaciones de las interacciones de superficie). Aquellas muestras que no cumplen con este requisito, tan solo pueden ser evaluadas de acuerdo al EJEMPLO 14(E).

Conclusion: el producto (y proceso) en cuestión pertenecerá al intento actual, si este pasa ya sea la prueba (es decir L.B.D. $< 0,55 \text{ g/cm}^3$) de la prueba T.B.D. (es decir T.B.D. $< 0,70 \text{ g/cc}^3$). En caso que el producto fallare en aprobar ambas pruebas (T.B.D. & L.B.D.), sus valores S.G. (de acuerdo al EJEMPLO 14 (E)) determinará si este el producto (el proceso) de acuerdo a una incorporación del invento actual.

Se puede observar que cambios dramáticos L.B.D. ocurran cuando el producto del presente invento sean sujetos a tratamientos de alta temperatura a 300°C (ver Cuadro 14) y especialmente a 500°C (ver Cuadro 15), que se deben probablemente a colapsos térmicos de la estructura "porosa" de estas partículas.

(G) Determinación de la Densidad de Peso Perforado (T.B.D.) de un producto secado a 120°C

Un modelo secado (a 120°C durante doce horas) fue desaglomerado suavemente utilizando un mortero/pistadera y colado a través de un pantalla de 0,6 mm. El T.B.D. del polvo fino que atravesó la pantalla fue determinado, separada e independientemente de los análisis S.G. (ver EJEMPLO 14 (E)) y los análisis L.B.D. (ver EJEMPLO 14 (F)). Se introduce el polvo fino a un cilindro plástico graduado calibrado a 250 ml, que es luego montado a un agitador de pantalla (por ejemplo, el Modelo Rotap RX-29-10 ex W.S. Inc.- USA). Luego el aparato es operado y el volumen del polvo es inspeccionado intermitentemente (por ejemplo, después de 5, 10, 20, 30 y 40 minutos) hasta que no observe ningún cambio. El valor T.B.D. más alto es el resultado final de la prueba. Luego se repite la prueba durante tres veces para cada muestra y el T.B.D. reportado es el promedio de estas tres pruebas. Los resultados son como sigue:

CUADRO 15C – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 14 (G)

#	Sample Code*	L.B.D. 120°C (g/cm ³)	T.B.D. 120°C (g/cm ³) 5 mins.	T.B.D. 120°C (g/cm ³) 10 mins.	T.B.D. 120°C (g/cm ³) 20 mins.	T.B.D. 120°C (g/cm ³) 30 mins.
53	GCC-8 ¹	0.65	0.94	0.93	0.99	0.99
54	GCC-8 ²	0.64	1.09	1.17	1.27	1.27
55	PCC ³	0.71	0.76	0.78	0.82	0.82
56	PCC ⁴	0.70	0.86	0.86	0.97	0.97
57	OM-95 ⁵	0.66	0.88	0.92	0.92	0.92
58	UPCC ⁶	0.50	0.64	0.65	0.66	0.66
59	ARP-33	0.34	0.53	0.56	0.62	0.62
60	ARP-35	0.33	0.49	0.57	0.63	0.63
61	ARP-36	0.33	0.49	0.57	0.61	0.61
62	ARP-51	0.31	0.42	0.44	0.45	0.45
63	ARP-65	0.38	0.53	0.59	0.62	0.62
64	ARP-70 ⁷	0.37	0.53	0.58	0.60	0.60
65	ARP-76 ⁸	0.38	0.54	0.61	0.69	0.69
66	ARP-77	0.37	0.45	0.52	0.59	0.59
67	ARP-71	0.69	0.90	1.10	1.11	1.11 ⁹
68	ARP-72	0.70	0.87	1.10	1.12	1.12 ⁹
69	ARP-83	0.86	1.05	1.16	1.22	1.22 ⁹

¹ -"Girulite-8" polvo CaCO₃ (d₅₀=3.5 micrones) ex Polychrom – Israel.

² – "Girulite-8" polvo CaCO₃ (d₅₀=3.5 micrones) ex Polychrom - Israel, que fue revestido utilizando el 2 wt% de ácido n-decanoico. "Girulite-8" polvo de CaCO₃ (d₅₀=3.5 micrones) ex Polychrom - Israel, que fue revestido usando el 2 wt% de ácido n-decanoico (se conduce el revestimiento al añadir lentamente el ácido carboxílico (ejemplo: ácido decanoico) es una mezcla acuosa bien batida del GCC a 90°C. Luego el producto es desaguado y secado a 120°C durante doce horas). Es valioso anotar que el valor final T.B.D: de este producto revestido es ahora de 1.27 g/cm³ (>0.99 g/cm³ antes del revestimiento¹).

³ – PCC comercial– Aragonito (SSA = 12 m²/g); de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40.

⁴ – PCC comercial – Aragonito; de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40, que fue revestido utilizando 2 wt% de ácido decanoico (se conduce el revestimiento al añadir lentamente el ácido carboxílico (ejemplo: ácido decanoico) en una mezcla acuosa bien batida del PCC a 90°C. Luego el producto es desaguado y secado a 120°C durante doce horas). Es valioso anotar que el valor

final T.B.D. de este producto revestido es de 0.97 g/cm^3 (0.82 g/cm^3 antes del revestimiento³).

⁵ – Un ácido esteárico ultrafino comercial revestido - UFT 95 GCC calcita natural (95 wt% aprueba tamaño 2μ) ex Omya-Pluess-Stauffer - Suiza.

⁶ – Un ácido esteárico ultrafino comercial revestido (SSA = $19 \text{ m}^2/\text{g}$) – Ultraflex calcita PCC ex SMI –USA.

⁷ – El espectro XRD y SEM de ARP-70 son presentados en la Fig.8 y Fig. 9, respectivamente.

⁸ –El espectro XRD y SEM de ARP-76 son presentados en la Fig.6 y Fig. 7, respectivamente.

⁹ – Es valioso anotar que los valores de los valores T.B.D. de los productos que fueron producidos de acuerdo a todos los parámetros del proceso del invento actual, excepto los agentes activos que fueron cambiados, son bastantes similares de aquellos de los productos del arte previo, y especialmente a calcita GCC² revestida.

Los resultados en el Cuadro 15C representan los productos de una incorporación del invento actual si ellos tienen un T.B.D. $<0.70 \text{ g/cm}^3$. Sin embargo, aquellos resultados cuentan, si el SSA (BET) de las muestras específicas en la prueba son $<15 \text{ m}^2/\text{g}$ y ellas son revestidas por los agentes activos respectivos que fueron usados (a fin de minimizar las variaciones de las interacciones de superficie). Aquellas muestras que no cumplen con este requisito, solamente pueden ser evaluados de acuerdo al EJEMPLO 14 (E).

Conclusión: el producto (y el proceso) en cuestión pertenecerá al invento actual, si este aprueba ya sea la prueba (es decir T.B.D. $<0.70 \text{ g/cm}^3$) o la prueba L.B.D. (es decir L.B.D. $< 0.55 \text{ g/cc}^3$). En caso que el producto fallase en pasar ambas pruebas (T.B.D. & L.B.D.), sus valores S.G. (de acuerdo al EJEMPLO 14 (E)) determinarán si el producto (el proceso) de una incorporación del invento actual.

(H) Determinación de la Gravedad Específica (S.G.) en los Aceites de Productos Secados en 120°C

La gravedad específica de varias partículas de carbonato de calcio, como se describen en el Ejemplo 14 (A). Los resultados indican que los valores bajos S.G. no son debido al aceite elevado que fue usado, pero es bastante común a muchos

líquidos similares. En casos en que los valores S.G. son cercanos a 2,5 g/cm³, el ácido oleico bien definido (de pureza > 97%) puede ser utilizado para resolver cualquier disputa, en cualquier caso, las instrucciones en el EJEMPLO 14(A) y el EJEMPLO 14 (E), aun prevalecerán.

Los puntos específicos del proceso – modo continuo de operación:

1. Velocidad de Rotor = 2500 rpm (Diámetro de Rotor = 8,5 cm)
2. pH = 9,5±0,2
3. Temperatura = 85°C±3
4. Índice de fluido de dióxido de carbono = 2 m³/hr.
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 50-70 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
6. Concentración de agente activo = ácido decanoico; 0 - 2 wt.% en base a CaCO₃.
7. Volumen de reactor=30 l. (Diámetro=8,7cm).

Los resultados son como siguen:

CUADRO 15D – LOS RESULTADOS DE EJEMPLO 14 (H):

Prueba #	Código de Muestra	Agente Activo	Dosis (wt%)	CO2 (%)	Líquido ^{a,7}	S.G. ⁷ g/cm ³ 120°C
70	GCC-8 ¹	-	-	-	Sylvatal 20S	2.63
71	PCC ³	-	-	N.A.	Sylvatal 20S	2.56
72	GCC-8 ²	A.Decanoico	2.0	-	Sylvatal 20S	2.23
73	PCC ⁴	A.Decanoico	2.0	N.A.	Sylvatal 20S	2.31
74	AR-118 ⁵	A.Decanoico	2.0	100.0	Sylvatal 20S	1.77
75	AR-118 ⁵	A.Decanoico	2.0	100.0	Sylvatal 20S	1.75
76	AR-118 ⁵	A.Decanoico	2.0	100.0	Oleico(>97 %)	1.79
77	ARP-29	A.Decanoico	0.7	26.0	Sylvatal 20S	1.98
78	ARP-31	A.Decanoico	1.0	26.0	Sylvatal 20S	1.65
79	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Sylvatal 20S	1.57

80	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Oleic (>97%)	1.64
81	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Oleic (>97%)	1.62
82	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Aceite de Canola	1.66
83	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Aceite de Soya	1.60
84	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Aceite de Girasol	1.58
85	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Aceite de maiz	1.61
86	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Aceite Mazola	1.59
87	ARP-35	A.Decanoico	1.5	26.0	Aceite Oliva	1.63
88	ARP-36	A.Decanoico	2.0	26.0	Sylvatal 20S	1.34
89	ARP-36	A.Decanoico	2.0	26.0	Sylvatal 20S	1.35
90	ARP-36	A.Decanoico	2.0	26.0	Oleico(>97%)	1.36
91	ARP-37	A.Decanoico	2.0	15.0	Sylvatal 20S	1.28
92	ARP-51	A.Láurico	1.5	26.0	Sylvatal 20S	1.78
93	ARP-61	A.Decanoico	2.0	100.0	-	-
94	ARP-62-1	A.Decanoico	3.0	100.0	-	-
95	ARP-65	A.Láurico	1.5	50.	Sylvatal 20S	2.04
96	ARP-70	A. Esteárico	1.5	50	Sylvatal 20S	2.36
97	ARP-76	A. Undecilénico	1.5	50	Sylvatal 20S	2.02
98	ARP-77	A.Mirístico	1.5	50	Sylvatal 20S	2.15
99	ARP-71	A.Isosteárico	1.5	50	Sylvatal 20S	2.71
100	ARP-72	A.Oleico	1.5	50	Sylvatal 20S	2.58
101	ARP-78	A.Linoleico	1.5	50	Sylvatal 20S	2.59
102	ARP-83	A.Palmítico	1.5	50	Sylvatal 20S	2.61

¹ - "Girulite-8" polvo CaCO₃ (d₅₀=3.5 micrones) ex Polychrom – Israel.

² – "Girulite-8" polvo CaCO₃ (d₅₀=3.5 micrones) ex Polychrom - Israel, que fue revestido utilizando el 2 wt% de ácido decanoico (se conduce el revestimiento añadiendo lentamente el ácido carboxílico (por ejemplo ácido decanoico) dentro de una mezcla acuosa bien batida del GCC a 90°C. Luego el producto es desaguado y secado a 120°C durante doce horas). Es valioso observar que el

valor S.G. de este producto revestido es actualmente $<2.5 \text{ g/cm}^3$ ($>2.5 \text{ g/cm}^3$ antes del revestimiento¹).

³ – PCC comercial - Aragonito; de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40.

⁴ – PCC comercial - Aragonito; de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40, que fue revestido utilizando el 2 wt% de ácido n-decanoico (se conduce la coberturas al añadir lentamente el ácido carboxílico (ejemplo ácido decanoico) dentro de una mezcla acuosa bien batida del PCC a 90°C. El producto es luego desaguado y secado a 120°C durante doce horas). Es valioso anotar el valor S.G. value del producto revetido es actualmente $<2.5 \text{ g/cm}^3$ ($>2.5 \text{ g/cm}^3$ antes de revestimiento³).

⁵ – AR-118, un producto del invento actual, mencionado ya en el EJEMPLO 14 (A), anterior.

⁶ – La gravedad específica de los líquidos como sigue: Oleico A.=0.887 g/cm³, Aceite Elevado (Sylvatal 20S ex Arizona Chemical - USA)=0.930 g/cm³, Aceite de Canola Refinado (ex Milumor – Israel)=0.910 g/cm³, Aceite de Maíz Refinado (ex Milumor – Israel)=0.910 g/cm³, Aceite de Maiz Refinado (Mazola ex Bestfoods – USA)=0.915 g/cm³, Aceite Refinado de Soya (ex Milumor – Israel)=0.920 g/cm³, Aceite Refinado de Girasol (ex Milumor – Israel)=0.918 g/cm³, Aceite de Oliva Frio Presionado (ex Shemen Industries – Israel)=0.893 g/cm³,

⁷ – Se condujeron análisis de S.G. a 21°C±1°C.

N.A. – No disponible

EJEMPLO 15 - PREPARACIÓN D PINTURA BLANCA EXTERIOR - HERCULES INC.

El procedimiento para la preparación de esta pintura fue obtenida de Hercules Inc.; Cellulose & Protein Products D.; Wilmington, DE 19899 (USA). El procedimiento siguió cuidadosamente en la Formulación de Resinas Celanese No. EP-48-222 para la producción de este producto de esta Pintura Blanca Exterior (Acetato de Vinyl ate & Acrilato).

(A) **Los ingredientes utilizados para el 52% de la Pintura PVC y sus funciones son como siguen:**

1. Agua de grifo.
2. Despumador Nopco NDW despumador.
3. Engrosante Cellosize QP 15000 engrosante (hidróxido de celulosa etílica).

4. Disperse Uno (45% N.V.) (dispersante).
5. Synperonic NP10 surfactante; agente humectante.
6. Kronos 2160 pigmento TiO_2 .
7. Silicato sintético de aluminio de sodio (p820) (espaciador).
8. Arcilla de caolín ($D_{50} = 3.1$ micrones)(espaciador).
9. CaCO_3 (espaciador) – Un producto GCC producto de Polichrom Ltd., Israel.
10. Talco ($D_{50}=12.3$ micrones)(espaciador).
11. PCC – Aragonito del invento actual (muestras utilizadas contenidas >80% CaCO_3 en los productos húmedos de bloque antes de su secado; ninguna operación de disminución se llevó a cabo previo a su uso. Es decir, el PCC – Aragonito usado no se encuentra necesariamente optimizado aún para su propósito).
12. El acrilato de acetato copolimero de vinil (55% N.V.) (emulsión).
13. El solvente de acetato diglicol butilo (agente de unión).
14. El preservativo Kathon LXE.
15. 25% de Amoniaco (base).
16. Agua de grifo.

Agua de grifo (1), despumador (2) y engrosante (3) fueron añadidos a un contenedor plástico ($d=20$ cm; $h=30$ cm) equipado con un disco ($d=8$ cm) adjunto a un Disolvente (Homo Dispers Modelo HD-550 (0.75 HP) de Hsiangtai Machinery Industry Co. Ltd.; Taiwan). La mezcla fue movida a 500 rpm durante 5 minutos, después del cual el dispersante (4) y el agente humectante (5) fue añadido, y el batido continuo a 500 rpm durante 5 minutos adicionales más. En este punto la velocidad de batido se incrementó a 1500 rpm y los ingredientes respectivos para las formulaciones respectivas 1-10 se añadieron consecutivamente, cada ingrediente por sobre un período de 5 minutos, de acuerdo al orden en la lista anterior de reagentes. (6-16).

Las propiedades físicas de las pinturas anteriores fueron medidas, incluyendo la propiedad más importante – el poder oculto (%) de 90 μm capas de pintura fueron determinados con un instrumento ACS (Sistemas de Color Aplicado) y los resultados se muestran en los siguientes Cuadros 19 y 20.

7

CUADRO 19 – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 15

Pintura Blanca Exterior - Hercules Inc.						
Evaluación del 52% de Pinturas PVC en base a las Partículas de Carbonato de Calcio Aragonito Precipitado del Invento Actual (PCC – Aragonito)						
Materia Prima	1	2	3	4	5	6
	% (wt)					
Agua de Grifo	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0
Despumador	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Engrosante(15K)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Dispersante(45%)	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
Agente	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35
TiO ₂ ; Kronos	14.0	9.0	9.0	9.0	9.0	8.4
Silicato	3.7	3.7	3.7	3.7	4.0	3.9
CaCO ₃ – GCC	7.0	-	-	-	-	-
Arcilla de caolin	6.5	6.5	6.5	6.5	10.7	6.8
Talco	6.3	-	-	-	-	-
PCC-Aragonito*	-	17.75	17.75	17.75	13.00	17.75
Copolímero (55%)	24.5	25.5	25.5	25.5	25.4	25.4
Agente enlace	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
Preservativo	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Amoniaco	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
Agua de grifo	10.45	10.0	10.0	10.0	10.35	10.2
Total	100.	100.	100.	100.	100.	100.
Las Características de la Pintura						
Sólidos (%)	50.98	50.98	50.98	50.98	50.67	50.82
P.V.C. (%)	51.77	51.32	51.32	51.32	51.51	51.55
Poder Oculto (%)	94.0	94.4	94.9	95.5	95.1	94.9
Viscosidad (K.U.)	92.0	92.0	93.2	98.0	100.0	98.0
Hegman	4.5	5.5	5.5	5.0	4.0	4.5
Densidad Peso	1.317	1.259	1.257	1.248	1.226	1.221
Ahorro de TiO ₂	-	35.7	35.7	35.7	35.7	40.0
Ahorro Peso	-	4.4	4.6	5.2	6.9	7.3

Formulación No.	Pigmento*	Código de Muestra	Agente Activo	Agente Activo % (wt)
1	Pintura de Refer.	-	-	-
2	PCC –Aragonito	AR-81	Decanoico	0.5
3	PCC –Aragonito	AR-83	Decanoico	1.0
4	PCC –Aragonito	AR-118	Decanoico	2.0
5	PCC –Aragonito	AR-119	Decanoico	5.0
6	PCC –Aragonito	AR-118	Decanoico	2.0

7

Cuadro 20 - los resultados del EJEMPLO 15

Pintura Blanco Exterior - Hercules Inc.						
Evaluación del 52% de las Pinturas PVC en Base a las Partículas de Carbonato de Calcio de Aragonito Precipitado del Inventario Actual (PCC – Aragonito)						
Materia Prima	1	7	8	9	10	
	% (wt)					
Agua de grifo	25.0	25.0	25.0	25.0	25.0	
Despumador	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
Engrosante(15K)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	
Dispersante(45%)	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	
Agente Humect.	0.35	0.35	0.35	0.35	0.35	
TiO ₂ ; Kronos	14.0	7.0	7.0	6.3	12.0	
Silicato	3.7	4.8	4.2	4.2	3.7	
CaCO ₃ – GCC	7.0	-	-	-	-	
Arcilla de caolin	6.5	7.1	12.5	13.1	6.5	
Talco	6.3	-	-	-	-	
PCC-Aragonito*	-	17.75	13.0	13.0	15.3*	
Copolimero(55%)	24.5	25.5	26.0	26.0	24.5	
Agente de Unión	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	
Preservativo	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	
Amoniaco	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	
Agua de grifo	10.45	10.3	9.75	9.85	10.45	
Total	100.	100.	100.	100.	100.	
Las Características de la Pintura						
Solidos (%)	50.98	50.98	50.98	50.98	50.98	
P.V.C. (%)	51.77	51.32	51.32	51.32	51.91	
Poder Oculito	94.0	94.2	94.3	94.0	92.7	
Viscosidad (K.U.)	92.0	96.8	98.8	98.0	90.2	
Hegman	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	
Densi Peso(g/cm ³)	1.317	1.179	1.159	1.224	1.300	
Ahorro de of TiO ₂	-	50.0	50.0	55.0	14.3	
Ahorro Peso (%)	-	10.5	12.0	7.0	1.3	
Formulación No.	Pigmento*	Código de Muestra	Agente Activo	Agente Activo % (wt)		
1	Pintura Referenc	-	-	-	-	
7	PCC –Aragonito	AR-118	Decanoico	2.0		
8	PCC –Aragonito	AR-119	Decanoico	5.0		
9	PCC –Aragonito	AR-119	Decanoico	5.0		
10	PCC –Aragonito	C**	N.A	N.A		

** - PCC Comercial - Aragonito; de Specialty Minerals Inc. (SMI); Opacarb® A40.

(B) Los ingredientes del 32% de la Pintura PVC y su función como sigue:

1. Agua de grifo.
2. Despumador Nopco NDW.
3. Cellosize engrosante QP 15000 (hidróxido de celulosa etílica).
4. Disperso Uno (45% N.V.) (dispersante).
5. Synperonic NP10 surfactant; agente humectante.
6. Kronos 2160 TiO₂ pigmento.
7. Na sintético – Silicato Al (p820) (espaciador).
8. Arcilla de caolín (D₅₀ = 3.1 micrones)(espaciador)
9. CaCO₃ (espaciador) – un producto GCC de Polichrom Ltd., Israel
10. Talco (D₅₀=12.3 micrones)(espaciador)
11. PCC – aragonito del invento actual (muestras utilizadas contenidas >80% CaCO₃ en los productos húmedos de bloque antes de su secado; no se llevó a cabo ninguna operación de disminución previo a su uso. Sin embargo, el PCC – aragonito utilizado no se encuentra necesariamente aún optimizado para su propósito).
12. Glicol Propileno (solvente).
13. El acrilato copolímero de acetato de vinil (55% N.V.) (emulsión).
14. Solvente de acetato diglicol butilo (agente de unión).
15. Preservativo Kathon LXE.
16. Amoniaco 25% (base).
17. Agua de grifo.

Agua de grifo (1), despumador (2) y engrosante (3) fueron añadidos a un contenedor plástico (d=20 cm; h=30 cm) equipado con un disco (d=8 cm) adjunto a un Disolvente (Modelo Homo Dispers HD-550 (0.75 HP) de Hsiangtai Machinery Industry Co. Ltd.; Taiwan). La combinación fue batida a 500 rpm durante 5 minutos, después del cual el dispersante (4) y el agente humectante (5) fueron añadidos, y el batido continuó a 500 rpm por 5 minutos adicionales. En este punto la velocidad de batido fue incrementado a 1500 rpm y los ingredientes respectivos para las formulaciones correspondientes 1-10 se añadieron consecutivamente, cada ingrediente por sobre un período de 5 minutos, de acuerdo al orden en la lista anterior de reagentes (6 - 15).

Las propiedades físicas de las pinturas anteriores fueron medidas, incluyendo la propiedad más importante – el poder oculto (%) de 90 µm capas de pintura fueron determinadas con un instrumento ACS (Sistemas de Color Aplicados) y los resultados se dan en el siguiente Cuadro 21:

CUADRO 21 – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 15

Pintura Blanca Exterior - Hercules Inc.						
Evaluación del 32 % de Pinturas PVC en base a las Partículas de Carbonato de Calcio Aragonito Precipitado del invento Actual (PCC – Aragonito)						
Materia Prima	11	12	13	14	15	16
	% (wt)					
Agua de grifo	17.8	17.8	17.8	17.8	17.8	17.8
Despumador	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
Engrosante(15K)	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22
Dispersante(45%)	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60
Agente humect.	0.34	0.34	0.34	0.34	0.34	0.34
TiO ₂ ; Kronos	22.5	20.0	20.0	19.0	18.0	19.0
Silicato	2.25	2.25	2.25	2.25	2.25	-
CaCO ₃ - GCC	5.0	-	-	-	-	-
PCC-Aragonito*	-	7.5	7.5	8.5	9.25	13.0
Glicol Propileno	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70	2.70
Copolimero(55%)	37.45	37.45	37.45	37.45	38.0	33.4
Agent de unión	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18
Preservativo	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45
Amoniaco	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
Grifo de agua	10.06	10.06	10.06	10.06	9.76	11.86
Total	100.	100.	100.	100.	100.	100.
Las Caracaterísticas de la Pintura						
Solidos (%)	50.35	50.35	50.35	50.35	50.35	50.37
P.V.C. (%)	32.59	32.64	32.64	32.93	32.64	36.73
Poder Oculto	91.0	91.4	91.4	91.0	90.8	91.0
Viscosidad (K.U.)	87.2	98.0	97.4	96.2	87.8	90.2
Hegman	5.5	5.5	5.5	5.5	5.0	5.5
Dens.	1.18	1.128	1.127	1.109	1.005	1.073
Ahorro de TiO ₂	-	11.1	11.1	15.5	20.0	15.5
Ahorro de Peso	-	4.4	4.5	6.0	14.8	6.8
Formulacion	Pigmento*	Muestra	Agente	Agente Activo		
No.		De Código	Activo	% (wt)		
11	Pintura Referenc	-	-	-		
12	PCC –Aragonito	AR-118	Decanoico	2.0		
13	PCC –Aragonito	AR-119	Decanoico	5.0		
14	PCC –Aragonito	AR-119	Decanoico	5.0		
15	PCC –Aragonito	AR-119	Decanoico	5.0		

Notas:

1. El carbonato de calcio aragonito precipitado particular del invento actual (PCC-Aragonito) puede ser utilizado para producir pinturas sin una reducción sustancial del tamaño previo, excepto que por el sistema de mezclado efectuado de la producción de la pintura, que está siendo de cualquier modo utilizado en este arte para dispersar totalmente los pigmentos en formulas distintas.
2. Aunque el carbonato de calcio de aragonito precipitado particular del invento actual (PCC-Aragonito) no se encuentra aun optimizado para su uso en la producción de pinturas y aunque las formulas utilizadas no son de ninguna forma optimizadas, todavía este producto puede sustituir por encima de los 50% del pigmento de óxido de titanio caro sin ningún deterioro de la pintura resultante, como se manifestó por el poder oculto medido.
3. Como los revestimientos (pinturas) son vendidas y usadas por volumen, y no por peso, el ahorro adicional resultante de utilizar el carbonato de calcio aragonito precipitado particular del invento actual (PCC-Aragonito) puede exceder el 10% de todos los constituyentes del revestimiento, incluyendo el dióxido de titanio.
4. Para simplificar la formulación de las pinturas mencionadas anteriormente, se usaron muestras secas de carbonato de calcio aragonito precipitado particular del invento actual (PCC-Aragonito). Sin embargo, bloques húmedos de que contienen incluso más agua que el 20% wt.%, en base a bloque húmedo de CaCO_3 , puede ser usado, siempre que estas aguas sean consideradas. Sin embargo, a escala industrial, el PCC-Aragonito raramente es usado, debido a la economía de uso del producto húmedo.

(C) Una Comparación de Formulaciones Modificadas de Pintura que Contienen Varia GCC/PCC

Se repitió el experimental del EJEMPLO 15(A), excepto que las composiciones de la pintura contenían únicamente un pigmento seleccionado PCC/GCC (>50wt%) en una vez y los ingredientes mínimos requeridos que fuesen necesarios para preparar estas formulaciones básicas de pintura modificada. Una formulación estándar de pintura interior(STD) fue usada como una referencia general.

Las composiciones de la pintura son como sigue:

CUADRO 22 – STD VS. FORMULACIÓN MODIFICADA DE PINTURA DEL EJEMPLO 15 (C)

Materia Prima	S T D	Modificado
Agua	28.25	28.87
Despumador	0.30	0.38
Engrosante	0.20	0.09
Dispersante	0.40	0.00
Agente Humectante	0.30	0.00
TiO ₂	7.5	0.00
Silicato	3.5	0.00
Talco	13.0	0.00
G.C.C.	34.0	0.00
Pigmento-AR	0.00	57.28
Glicol Propileno	1.00	0.56
Copolimero – 50% sólidos	11.40	12.72
Biocide	0.15	0.10
T o t a l	100.0	100.0
% Solidos en pintura	63.7	64.3

Las propiedades físicas y ópticas de los pigmentos usados y la pintura obtenidas son reportados como sigue:

CUADRO 23 – LAS PROPIEDADES DE LOS PIGMENTOS EN EL EJEMPLO 15 (C)

Pintura	Código de Pigmento	Agente Activo	Dosis (wt%) ³	CO ₂ (v%(	S.S.A (BET) (m ² /g)	PSD ⁴ μ	
						D ₅₀	D ₉₀
STD	-	-	-	-	-	-	-
1	PCC ¹	-	-	-	12.0	2.0	0.8
2	GCC ²	-	-	-	4.0	5.0	2.1
3	ARP-29	A. Decanoico	0.7	26.0	5.7	4.49	1.98
4	ARP-31	A. Decanoico	1.0	26.0	6.2	3.54	1.68
5	ARP-34	A. Decanoico	1.5	100	11.1	2.68	1.27
6	ARP-35	A. Decanoico	1.5	26.0	11.5	3.0	1.65
7	ARP-36	A. Decanoico	2.0	26.0	15.4	2.51	0.73
8	ARP-37	A. Decanoico	2.0	15.0	10.9	2.20	0.93
9	ARP-51	A. Laurico	1.5	26.0		4.14	2.39

10	ARP-61	A. Decanoico	2.0	100	15.5	1.8	0.68
11	APR-65	A. Laurico	1.5	50.0	8.2	5.4	3.1
12	ARP-70	A. Estearico	1.5	50.0	4.3	5.3	1.6
13	ARP-71	A. Isostearico	1.5	50.0	1.9	9.3	5.9
14	ARP-72	A. Oleico	1.5	50.0	3.7	10.9	6.5
15	ARP-76	A. Undecilenico	1.5	50.0	13.1	2.7	1.5
16	ARP-77	A. Miristico	1.5	50.0	5.2	3.8	2.3
17	ARP-83	A. Palmitico	1.5	50.0			

¹ – La mezcla estable comercial PCC de Aragonito (Opacarb® A40 ex SMI – USA). El cálculo de las partículas de aragonito del S.G. en un 69.6% de la mezcla comercial resultó en 2.83 g/cm³. Naturalmente, esta mezcla fue utilizada para producir la pintura anterior.

² - CaCO₃ (espaciador) - un GCC (Calcita ex Polichrom Ltd. – Israel).

³ – Calculada como la forma ácida, en al CaCO₃.

⁴ – El PCC del invento actual no ha atravesado de ninguna reducción de tamaño previo a su uso con excepción de la reducción de tamaño que podrían ocurrir durante operaciones regulares.

CUADRO 24 – LAS PROPIEDADES DE LA PINTURA EN EL EJEMPLO 15 (C)

Cod. de Pintura	Código de Pigmento	Agente Activo	Dosis (wt%) ³	CO ₂ (v%)	S.G. ⁴ 120°C (g/m ³)	Pintura	
						Brillo ⁵	Poder ⁶ Oculto
STD	-	-	-	-	-	2.1	83.7
1	PCC ¹	-	-	-	2.56	31.9	88.0
2	GCC ²	-	-	-	2.63	2.2	80.9
3	ARP-29	A. Decanoico	0.7	26.0	1.98	3.0	92.6
4	ARP-31	A. Decanoico	1.0	26.0	1.65	3.6	96.5
5	ARP-34	A. Decanoico	1.5	100	-	7.5	96.3
6	ARP-35	A. Decanoico	1.5	26.0	1.57	4.0	99.6
7	ARP-36	A. Decanoico	2.0	26.0	1.34	5.5	98.1
8	ARP-37	A. Decanoico	2.0	15.0	1.28	5.2	99.5
9	ARP-51	A. Laurico	1.5	26.0	1.78	4.3	94.8

Cod. de Pintura	Código de Pigmento	Agente Activo	Dosis (wt%) ³	CO ₂ (v% ¹)	S.G. ⁴ 120°C (g/m ³)	Pintura	
10	ARP-61	A. Decanoico	2.0	100	-	11.5	98.3
11	APR-65	A. Laurico	1.5	50.0	2.04	4.0	93.7
12	ARP-70	A. Estearico	1.5	50.0	2.36	2.6	94.1
13	ARP-71	A. Isostearico	1.5	50.0	2.71	1.8	70.0
14	ARP-72	A. Oleico	1.5	50.0	2.58	1.9	74.9
15	ARP-76	A. Undecilénico	1.5	50.0	2.02	4.7	96.8
16	ARP-77	A. Mirístico	1.5	50.0	2.15	3.5	95.1
17	ARP-83	A. Palmítico	1.5	50.0	2.61	2.0	79.3

¹ – Una mezcla estable comercial PCC de Aragonito (Opacarb® A40 ex SMI – USA).

² – CaCO₃ (espaciador) - a GCC (Calcita ex Polichrom Ltd. – Israel).

³ – Calculada como la forma ácida, en base a CaCO₃.

⁴ – Medido de acuerdo al Ejemplo 14 (A), después de secado a 120°C durante doce horas (c. f. Cuadros 13 y 15d).

⁵ – Medido a 60° con un Medidor de Brillo (Minigloss 101N ex Sheen Instruments – Inglaterra).

⁶ – El poder oculto de una capa 90μ fue medido con un reflectómetro (Ref. 310 Sheen-Opac ex Sheen Instruments – England).

⁷ – Este compuesto, por ejemplo, puede ser brominado y entonces servir también como un dilatante de llamas.

Notas:

1. El brillo incrementa cuando el v% del CO₂ en el gas de alimentación aumenta.

El brillo aumenta cuando el wt% del agente activo aumenta.

El brillo aumenta cuando la gravedad específica (S.G.) del PCCC disminuye.

Estos hechos son particularmente importantes al controlar el PCC del invento actual, y en forma más específica, al formular revestimientos de papel de alto brillo

de un lado y es particularmente importante en formular pinturas de escaso brillo de otro lado.

2. La opacidad aumenta cuando el wt% del agente activo aumenta.

La opacidad aumenta cuando el V% del aire en el gas de alimentación aumenta.

La opacidad aumenta cuando la gravedad específica (S.G.) del P.C.C. disminuye.

El ácido n-Decanoico parece exhibir, hasta entonces, el mejor desempeño, sin embargo, el w% óptimo parece encontrarse en el orden entre el 1.5 wt% a 3wt% para este propósito de productos formantes de alto poder oculto.

EJEMPLO 16 – La Preparación del Plástico (Copolimero Propileno-PP) Formulaciones

La composición de las formulaciones varias fue como sigue: 40% Relleno, 0.3% antioxidante (irganox B225 ex Ciba Specialty Chemicals - Suiza), 0.5% lubricantes (Cera PE 520 ex Hoechst-Celanese - USA) y 59.2% copolimero polipropileno (Capilene-TR50 ex Carmel Olefins - Israel).

(A) Preparación del Aragonito Precipitado Particular

Se utilizaron tres muestras de aragonito precipitado particular del invento actual y tres de las muestras comerciales de alta calidad fueron usadas por comparación. Los parámetros de la preparación de las muestras de aragonito y sus propiedades se dan en el Cuadro 25, como sigue:

Los puntos específicos del proceso - modo continuo de operación:

1. Velocidad de Rotor = 4000 rpm (Velocidad Punta ~ 10 m/seg.)
2. pH = 9.5.
3. Temperatura = 90°C.
4. Índice de Fluido de Dióxido de Carbono = 180 L.P.H. (litros/hora).
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 6 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
6. La concentración del agente activo = ácido decanoico; 0.5; 1; 2 wt.% en base a CaCO_3 .

CUADRO 25 – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 16(A)

#	Código de Muestra	Agente activo	(wt. %)	Aragonito Aragonito+Calcita a XRD	D ₅₀ ¹ μ	B ^{**} (%)	SSA (BET) m ² /g
1	AR-213	AcidoDecanoico	0.5	93-96%	5.9 2	95.8	3.6
2	AR-214	AcidoDecanoico	1.0	93-96%	4.3 8	98.3	6.4
3	AR-215	AcidoDecanoico	2.0	96-98%	1.5 6	98.2	12.8

* - 50ppm de ácido fosfórico fue utilizado además del ácido decanoico para incrementar la proporción del aspecto del aragonito acicular.

** - Brillo.

¹ – El PCC del invento actual no atravesó ninguna reducción de tamaño anterior a su uso, excepto la reducción de tamaño que podría ocurrir durante las operaciones regulares.

(B) Formulaciones de mezcla del Plástico (Copolímero Polipropileno)

Las formulaciones estaban procesadas en un mezclador de doble hoja co-rotante (L/D = 24 ex Dr. Collin – Alemania). Las condiciones de la mezcla se dan en el Cuadro 26 como sigue:

CUADRO 26 – LAS CONDICIONES DE LA MEZCLA DEL EJEMPLO 16(B)

#	Relleno	Temp. de Disolución (°C)	Velocidad de Hojas (rpm)	Presión (barra)	Torque (N.m)
1	AR-215	203	200	16±5	42±5
2	AR-214	203	200	15±5	40±2
3	AR-213	202	200	18±5	43±2
4	OM-95 ^A	201	175	30±5	63±2
5	UPCC ^B	203	174	30±5	60±3
6	UTALC ^C	202	195	17±2	49±2

^A – Acido esteárico comercial ultrafino revestido - UFT 95 GCC calcita natural (pasa 95 wt% tamaño 2μ) ex Omya-Pluess-Stauffer – Suiza.

^B – Acido esteárico comercial ultrafino revestido - Ultraflex PCC calcita ex SMI - USA.

^C – Talco ultrafino comercial – Ultratalc 609 ex SMI - USA.

Nota:

Los resultados del paso mezclador, en el Cuadro 16b, indican que el PCC del invento actual es superior a los productos comerciales de alta calidad y altos precios en el mercado.

(C) Formulaciones de Inyección del Plástico Copolimero Polipropileno

Los gránulos resultantes fueron alimentados a una máquina de inyección (25 t ex Dr. Boy – Alemania). Producimos especímenes de 127x12.7x3.2 mm. Las condiciones de inyección se dan en el Cuadro 27 como siguen:

CUADRO 27 – LAS CONDICIONES DE MEZCLA DEL EJEMPLO 16C

#	Relleno	Temp. (°C)	Velocidad de Inyección (cm ³ /sec.)	Presión de Inyección (barra)	Presión de Inyección (barra)
1	AR-215	170-180	66	250	250
2	AR-214	170-180	66	250	250
3	AR-213	170-180	66	250	300
4	OM-95 ^A	170-180	66	250	300
5	UPCC ^B	170-180	66	400	400
6	UTALC ^C	170-180	66	400	400

^A – un ácido esteárico comercial ultrafino revestido GCC ex Omya-Pluoss-Stauffer – Suiza.

^B – un ácido esteárico comercial ultrafino revestido - Ultraflex PCC ex SMI - USA.

^C – un talco comercial ultrafino – Ultratalc 609 ex SMI - USA.

Nota:

Sólo el OM-95 se comporta cercanamente al PCC del invento actual (AR-213, Ar-214 and AR-215) en el compartimento de inyección. El talco relativamente (muy costoso)es incapaz de competir con AR-213, Ar-214 y AR-215.

(D) Las Pruebas Mecánicas

Los especímenes resultantes fueron acondicionados en 25°C por debajo del 50% RH por lo menos en 72 hrs. antes de examinarlos.

Las dos pruebas se desarrollaron como sigue:

Se condujo una prueba de flexión (3 puntos) de acuerdo al ASTM D-790.

Prueba de Impacto – se condujo cortado en Izod de acuerdo a ASTM D-256.

Los resultados se dan en el Cuadro 28, que sigue:

CUADRO 28 – LOS RESULTADOS DE LAS PRUEBAS MECÁNICAS DEL EJEMPLO 16D

#	Relleno	Módulo de Flexión (Mpa)	Impacto (J/m)
0	-*	793	538
1	AR-215	1603±60	225±21.7
2	AR-214	1872±90	281±18.7
3	AR-213	1735±31	397±14.5
4	OM-95 ^A	1107±20	192±20.4
5	UPCC ^B	1006±13	51±6.4
6	UTALC ^C	1749±54	151±5.3

* - Capilene – TR50 como se reportó por su productor.

^A - un ácido esteárico comercial ultrafino revestido GCC ex Omya-Pluess-Stauffer - Suiza.

^B - un ácido esteárico comercial ultrafino revestido - Ultraflex PCC ex SMI - USA.

^C - un talco comercial ultrafino – Ultratalc 609 ex SMI - USA.

Notas:

1. Usualmente se añaden los rellenos a las formulaciones de polipropileno (PP) para incrementar su módulo de flexión. En el orden propio de carga, mientras más alta la concentración del relleno, más alto es el módulo de flexión. Sin embargo, como la concentración del relleno aumenta, las características del impacto Izod son disminuidas dramáticamente. Es decir, la carga final del relleno en el polímero es el resultado de optimizar ambas características de los productos finales (consumidor). Bajo las mismas condiciones experimentales, el carbonato de calcio precipitado particular del invento actual (AR-213, Ar-214 y AR-215) son productos comerciales de la más alta calidad en el mercado.

2. Las propiedades totales del PCC del invento actual son muy superiores a los productos comerciales de alta calidad en el Mercado, pues este conduce a operaciones más rápidas y mejores productos (consumidor).

EJEMPLO 17 – Experimentos de Adsorción Utilizando el PCC del invento actual

Las partículas PCC/GCC del arte precio pueden adsorber cantidades limitadas de líquidos y en todo caso tendrán lugar rápidamente sobre la superficie.

El PCC del invento actual exhibe un comportamiento variado, dependiendo del ambiente en el cual se ubicaron estas partículas.

(A) Las Partículas PCC del invento actual en la Fase de Gas

Los resultados que se obtuvieron al usar el picnómetro de gas para determinar la gravedad específica (S.G.) del producto del invento actual (c.f. EJEMPLO 14 (D)) no indican en absoluto que estas partículas contengan algún tipo de "poros" o "burbujas" o "ampollas" hasta cierto alcance. Sin embargo, los resultados siguientes demostrarán que esta opinión es totalmente equivocada.

(B) Las Partículas PCC del Invento Actual en Dispersiones Acuosas Estables

Los puntos específicos del proceso – modo continuo de operación:

1. Velocidad de Rotor = 1200 rpm (Diámetro de Rotor = 10 cm)
2. pH = 9.5 ± 0.2
3. Temperatura = $85^{\circ}\text{C} \pm 2$
4. Índice de Fluido de dióxido de carbono = $2.5 \text{ m}^3/\text{hr}$.
5. Mezcla acuosa de hidróxido de calcio (de Shfeya) -10 wt.% = ~ 80 - 100 L.P.H. (para mantener el valor prefijado pH).
6. CO_2 (v%) en el gas de alimentación=30%
7. La concentración de agente activo = ácido decanoico; 1.5 wt.% en base a CaCO_3 .
8. Volumen de reactor =50 l. (Diámetro=30 cm).
9. El producto (del invento actual) – ARP-73

Preparación de Mezclas Estables (60-70 wt%) en el Agua:

El bloque húmedo de ARP-73, que fue obtenido después de desaguar el producto, fue mezclado con aproximadamente 2 wt% de dispersante (resultante en un calculado ~1:1 proporción de peso seco; Dispex N-40 (~45 wt% sólidos) ex Allied Colloids – GB) y agua) en un 10 l. (d=30 cm) tanque que fue equipado con disolvente de laboratorio (DVH-020-18/6; 2.5 HP ex a Dantco Inc. - USA; diámetro de rotor=10 cm) durante 60 mins. a 1200 rpm. Las mezclas resultantes exhiben las siguientes características:

CUADRO 29 – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 17 (B)

Código de Muestra	Sólidos En Mezcla (wt%) ¹	S.G. de Mezcla (g/cm ³) ⁴		S.G. de Sólidos ARP-73 (g/cm ³) ¹
		Después de Preparación ¹	Después de 7 Días ²	
ARP-73-1	60.2	1.47	1.47	2.13
ARP-73-2	69.3	1.61	1.61	2.20
ARP-73-3	63.0	1.55	1.55 1.68 ³	2.30 >2.79 ³

¹ – Fue medido y/o inmediatamente después de la preparación de la mezcla, pero ningún esfuerzo fue hecho para minimizar los valores S.G. del PCC.

² - Fue medido y calculado, pero no se hicieron esfuerzos para minimizar los valores S.G. del PCC.

³ – La adición de 2 wt% de dioctilsulfosuccinato de sodio (75% en etanol; ex Cytec – USA) – un agente humectante potente – al agua al final de la etapa de preparación (+ un batido breve después de ello), condujo a la formación de una masa muy densa y viscosa después de 7 días (la mayor parte de la agua ha sido absorbida por el PCC del invento actual), que no pudo ser batido. Esta masa fue desintegrada al añadir más del agente humectante y batir la masa. El S.G. de la mezcla cuando entonces fue medida³ (1.68 g/cm³) y el calculado³ S.G. del PCC era >2.79 g/cm³. Dicho comportamiento es imprecendente en el arte previo de los productos PCC/GCC.

⁴ – Los valores bajos S.G. son también observados en ejemplo, las composiciones de las pinturas que contienen los productos del invento actual, que da lugar a una ventaja adicional, como ya fue explicada en el EJEMPLO 15.

(C) Dispersiones de las Partículas del Invento Actual en los Solventes Orgánicos

Los intentos para obtener mezclas estables de PCC del invento actual en solventes orgánicos tales como los alcoholes (por ejemplo, el methanol, etanol, isopropanol), ketones (por ejemplo, acetona, keton metil etílico), éteres (ejemplo acetato metílico, acetato etílico), solventes aromáticos (ejemplo: tolueno, xileno, clorobenzeno, o-diclorobenzeno), y muchos otros, que resultan en la formación de combinaciones en las que la gravedad específica (S.G.) de las partículas PCC es >2.5 g/cm³ (usualmente, agua y aceites (por ejemplo aquéllos mencionados como líquidos en los Ejemplos 14(A) y 14(H), penetran muy lentamente durante muy largos períodos y en algunos casos resultan impracticables para medir sus índices de permeabilidad). Solventes más polares tales como el glicol etileno

penetran más lentamente al PCC del invento actual, y finalmente los valores S.G. alcanzan el valor final que caracteriza a la calcita, y especialmene aragonito, carbonato de calcio (es decir, $\sim 2.7 - 2.9 \text{ g/cm}^3$, dependiendo de la pureza cristalográfica específica de los productos examinados). Naturalmente, el aumento del S.G. es independiente en muchos factores tales como la presión, la temperatura, la viscosidad, la tensión de superficie, la pureza y naturalmente la calidad del producto PCC del invento actual.

Es de utilidad anotar que las propiedaes únicas de las partículas PCC del invento actual están totalmente restablecidas una vez que el solvente orgánico se evapora a la sequedad, y este producto puede ser usado en la misma aplicación u otra como la muestra original. En forma más específica, después de la remoción de por ejemplo la acetona, el tolueno o acetato etílico, todas las propiedades de la muestra usada, por ejemplo, de AR-120, se une a la muestra original.

El fenómeno descrito en el EJEMPLO 17 conduce a la conclusion que el PCC del invento actual puede prontamente ser usado como un adsorbente para líquidos (solvente), como un transportador (encapsulante) para líquidos y sólidos (al disolverlos en un solvente adecuado; permitiendo a la solución que penetre a los "poros" del PCC; y removiendo el solvente por ejemplo evaporación o disolución del solvente en otro solvente que reduce la solubilidad del substraído. El PCC del invento actual puede encapsular muchos combinaciones, incluyendo los farmacéuticos (medicinas), agroquímicos, sabores, fragancias y agentes protectores (este PCC mismo es particularmente adecuado para proteger la piel humana, una vez que sus partículas son afinadas a dicho propósito. Debido al gas atrapado (aire) en el PCC del invento actual, esta tarea de afinamiento del PSD para cumplir con los requisitos de proteger de la luz ingresante a $300-400 \text{ m}\mu$, se espera que sea mucho menos costoso que de por ejemplo el TiO_2 , el cual es usado para este propósito a menudo). De ahí que, el PCC del invento actual ofrece dos funciones en un material, es decir, encapsulación y dispersión de luz eficiente). Además, la naturaleza "porosa" de este PCC hace un candidato preferente para servir de relleno, cosnstructor y/o agente antibloque por ejemplo detergentes en polvo, etc.

91 f

Para concluir el PCC del invento actual puede servir en cualquier capacidad que las partículas de carbonato de calcio del arte previo sirvan, y adicionalmente posee muchas ventajas debido a su naturaleza "porosa".

Los resultados de experimentos de mezcla en los que un solvente solamente o una solución es usada para formar una masa gruesa y densa viscosa son informados como sigue:

CUADRO 30 – LOS RESULTADOS DEL EJEMPLO 17 (C)

#	Producto PCC/GCC ¹	Líquido (Solvente)	Substrato-(wt%)	Proporción wt/wt ²	Líquido Residual ²
1	ARP-73	Agua	DOSSNa -2	1.0	-
2	"Girulite-8"	Metanol	-	1.2	+
3	Opacarb® A40	Metanol	-	1.2	+
4	ARP-35	Metanol	-	1.2	-
5	ARP-37	Metanol	-	1.2	-
6	ARP-76	Metanol	-	1.2	-
7	"Girulite-8"	Metanol ³	p-Anisaldehido-5	1.2	+
8	Opacarb® A40	Metanol ³	p-Anisaldehido-5	1.2	+
9	ARP-35	Metanol ^{3,4}	p-Anisaldehido-5	1.2	-
10	ARP-37	Metanol ^{3,4}	p-Anisaldehido-5	1.2	-
11	ARP-76	Metanol ^{3,4}	p-Anisaldehido-5	1.2	-
12	"Girulite-8"	Acetona ³	HBCD-5	1.2	+
13	Opacarb® A40	Acetona ³	HBCD-5	1.2	+
14	ARP-35	Acetona ^{3,5}	HBCD-5	1.2	-
15	ARP-37	Acetona ^{3,5}	HBCD-5	1.2	-
16	ARP-76	Acetona ^{3,5}	HBCD-5	1.2	-
17	"Girulite-8"	Acetato etílico ³	Cafeína-0.5	1.2	+
18	Opacarb® A40	Acetato etílico ³	Cafeína-0.5	1.2	+
19	ARP-35	Acetatoetilico ^{3,6}	Cafeína-0.5	1.2	-
20	ARP-37	Acetatoetilico ^{3,6}	Cafeína-0.5	1.2	-
21	ARP-76	Acetatoetilico ^{3,6}	Cafeína-0.5	1.2	-
17	"Girulite-8"	Acetonitrilo ³	Pd (II) Diacetato-2	1.2	+
18	Opacarb® A40	Acetonitrilo ³	Pd (II) Diacetato-2	1.2	+
19	ARP-35	Acetonitrilo ^{3,7}	Pd (II) Diacetato-2	1.2	-
20	ARP-37	Acetonitrilo ^{3,7}	Pd (II) Diacetato-2	1.2	-
21	ARP-76	Acetonitrilo ^{3,7}	Pd (II) Diacetato-2	1.2	-

¹ – El polvo correspondiente fue mezclado totalmente con el líquido (solvente:solución) en un erlenmeyer fuertemente cerrado a 100 cm³ y dejado reposar por una hora a 21°C±1°C . La Prueba #1 duró más tiempo, pues el agua penetra mucho más lentamente – descrito en el EJEMPLO 17 (B).

² – La proporción del peso del líquido/polvo (que fue desaglomerado y colado a través de una pantalla de 0.6 mm. Los ejemplares que pasaron la pantalla fueron utilizados).

³ – Al final de cada prueba, la presencia de la capa del líquido en la cima de la mezcla y su fluidez fueron marcadas por un signo más, mientras que la ausencia de dicha capa y la formación de la masa viscosa gruesa fue marcada por un signo menos.

⁴ – Los productos del invento actual fueron luego secados, desaglomerados y secados a través de una pantalla de 0.6 mm. Los ejemplares que pasaron fueron almacenados por pruebas de estabilidad. El experimento fue repetido utilizando los sustratos siguientes: p-Anisaldehído (sabor & fragancia); 2 Etilhexilo trans-Cinnamate 8 un agente protector del sol) ; Menthon (un producto farmacéutico & fragancia); Anise Alcohol (ex Koffolk – Israel) (un sabor & fragancia).

⁵ – Los productos del invento actual fueron luego secados, desaglomerados y colados a través de una pantalla de 0.6 mm. Los ejemplares que pasaron la pantalla fueron almacenados por pruebas de estabilidad. Este experimento fue repetido utilizando los siguientes sustratos Hexabromociclododecano (Syntex HBCD™ ex Albemarle – USA) (un dilatante de llamas para plásticos); y NeendX™ ex Albemarle – USA (un dilatante de llama no halógena para plásticos); Diazinon (Diazol ex Makhteshim-Agan- Israel) (un insecticida).

⁶ – Los productos del invento actual fueron luego secados, desaglomerados y colados a través de una pantalla de 0.6 mm. Los ejemplares que pasaron la pantalla fueron almacenados por pruebas de estabilidad. Este experimento fue repetido utilizando los sustratos siguientes: Cafeína (un producto farmacéutico); y (-) Menton (un producto farmacéutico y fragancia).

⁷ – Los productos del invento actual fueron luego secados, desaglomerados y colados a través de una pantalla de 0.6 mm. Los ejemplares que pasaron la pantalla fueron almacenados por calcinación adicional e hidrogenación (otros metales preciosos pudieron ser usados de manera similar).

Notas:

1. El producto "poroso" del invento actual podría absorber cantidades considerables de solventes (>50% de su peso).

2. La existencia de "poros" en el PCC de invento actual se ha establecido por evidencia directa. Sin embargo, no es de mucha consecuencia si no somos

demasiado precisos en describir las propiedades exactas que son responsables para los efectos que fueron encontrados.

EJEMPLO 18 – Preparación de Papeles Revestidos Ultra-livianos (ULWC)

(A) Los pigmentos

AL utilizar los métodos que son conocidos a la industria del papel, una serie de pigmentos PCC del invento actual (AR), con variaciones en el tamaño y distribución de la partícula, fue comparado a pigmentos comerciales que son ordinariamente utilizados en el arte previo. Los productos AR fueron utilizados, obtenidos en el proceso de producción, al comparar con Opacarb A40 (un producto comercial ex SMI – USA). La información de caracterización es con sigue:

CUADRO 31 – CARACTERIZACIÓN DE LOS PIGMENTOS DEL EJEMPLO 18:

Pigmento	AR-110B	AR-F1	AR-245-S	A40
Identificación	4449-90.3	4449-90.4	3911-17	4327-48
PH	-	7.7	9.6	10.3
% sólidos	72.7	71.8	72.9	70.8
Brook.	20 15150	10400	8040	220
Visc.	50 6800	4480	3832	111
100	3700	3480	2204	110
Hercules	290	ND	441	1440
PSD ¹	@90 2.25	1.83	2.52	1.76
50	0.81	0.69	1.69	0.43
20	0.41	0.35	1.40	0.27
10	0.29	0.24	1.32	0.21
SSA ¹	7.5	6.8	6.8	12.2
SD(90/20) ²	2.34	2.29	1.34	2.55
Dry	Rd 95.0	94.3	95.3	95.9
a	-0.6	-0.5	-0.6	-0.1
b	0.3	0.8	1.0	0.8

¹ – Es valioso anotar que las partículas de la serie AR son mucho más grandes que aquéllas de A40, que está siendo reflejada en los valores SSA, respectivamente.

² – El SD (90/20) es utilizado en vez de GSD (84/16) para reflejar la distribución del tamaño de la partículas pues los valores d84 y d16 no se encontraban disponibles para los pigmentos experimentales.

La formulación de control de arcilla desarrollada con el CPI que consistía en 85 partes de arcilla delaminada Kalowhite, 5 partes de Ansilex 93 de arcilla calcinada y 10 partes de TiO₂. Los carbonados fueron utilizados en 33 partes que

94 ~~114~~

reemplazan una cantidad igual de arcilla delaminada. Las tapas y aditivos que incluian Styronal 4606 SX latex y PG290 se atiesan en 9 partes cada uno y 0.7 partes Nopcote C-104 de estearato de calcio. Los sólidos fueron ajustados al 60%. Todas las formulaciones fueron revestidas a 2500 fpm en stock de madera base CPI (28#) para unir el objetivo de 3.5#/R. Las hojas revestidas fueron aprensados a alcanzaun brillo de 40 para la muestra de control de peso más bajo de arcilla. Las Condiciones fueron 2 nips a 600 pli y 150° F.

Pigmento y Color de Revestimiento (B)

La consistencia en parte de la muestra AR-F1 hizo determinación de la reología Hercules de este pigmento imposible. Las altas viscosidades Brookfield de la serie AR son más factibles debido a su habilidad única y engrosante inusual. Un control de dispersantes adecuados y de niveles dispersantes sobre estos pigmentos no es presentado en el mismo, a causa de la naturaleza propietaria del paquete dispersante. Los resultados son como siguen:

CUADRO 32 – RESULTADOS DE COLOR DE REVESTIMIENTO DEL EJEMPLO 18:

Formulación	4576-10-1	4576-10-2	4576-10-8	4576-10-9	4576-10-10
Pigmento	Control de Arcilla	Opacarb A40	4449-90.3 AR-110B	4449-90.4 AR-F1	3911-17 AR-245S
PH	8.5	8.5	8.5	8.5	8.5
% sólidos	60.8	60.6	60.4	60.4	60.7
Brook. 10	5680	5100	5100	5220	4800
Viscos. 20	3600	3100	3000	3150	2860
50	1940	1700	1528	1680	1484
100	1320	1000	950	1050	882
Hercules	50.0	50.7	36.1	40.3	50.0
Rd	81.6	83.6	83.6	83.5	84
L	90.4	91.4	91.4	91.4	91.7
A	-1.7	-1.8	-1.7	-1.7	-1.7
B	4.7	3.9	3.8	3.9	3.6

Nota:

A pesar que el AR-F1 mostraron pigmento de viscosidad muy alta de Brookfields, no se observaron problemas cuando se formuló en un revestimiento. Adicionalmente, se observaron mejoras en la viscosidad de Hercules con este pigmento así como con AR-110B después de hacerlo. La viscosidad de Hercules de AF-245S era equivalente a aquel de la formulación del control.

95 +5

Resultados de Hoja Revestida (C)

Toda las informaciones están interpoladas a un valor de 3.5 #/R utilizando regresión linear de propiedades como función de peso de revestimiento de pigmento. Los resultados son como siguen:

CUADRO 33 – RESULTADOS DE HOJAS REVESTIDAS INTERPOLADAS A 3.5 #/R DEL EJEMPLO 18:

Formulación	4576-10-1	4576-10-2	4576-10-8	4576-10-9	4576-10-10
Pigmento	Clay Control	Opacarb A40	4449-90.3 AR-110B	4449-90.4 AR-F1	3911-17 AR-245S
Brillo	70.9	72.7	72.9	73.1	73.2
Hunter	L 87.9	88.5	88.6	88.8	88.6
a	-0.22	-0.26	-0.19	-0.19	-0.25
b	6.56	6.20	6.12	5.92	6.03

Notas:

1. En base a los resultados obtenidos y considerando los hechos: i. Que los productos-AR han sido utilizados para obtener en su proceso de producción, ii que sus partículas fueron considerablemente más grandes (y sus valores SSA fueron considerablemente más pequeños) que las muestras de control, y iii. Que los productos y procesos AR no están aun optimizados para el propósito de hacer formulaciones de papel, los productos AR ofrecen pigmentos excellentes para la industria del papel.
2. EL brillo de los papeles revestidos AR es por lo menos tan bueno como aquel de la muestra OPACARB A40 PCC, pero es definitivamente mejor que otros conroles.

En tanto que el invento ha sido descrito con respecto a un número limitado de incorporaciones, sera apreciado que muchas variaciones, modificaciones y otras aplicaiciones del invento sean hechas.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir carbonato de calcio aragonito precipitado particular, que comprende una mezcla acuosa de hidróxido de calcio con un gas seleccionado del grupo que consiste de un dióxido de carbono y un gas que lo contiene, en donde los parámetros del mencionado proceso, incluyendo por lo menos un agente activo preseleccionado, modo de operación, concentraciones de operación de materias primas, temperatura de operación, velocidad de mezclador de operación y pH de operación, son tales que por lo menos uno de los siguientes criterios (a), (b) y (c) son satisfechos:

(a) la gravedad específica del producto después del secado durante 12 horas a 120°C es $<2,5 \text{ g/cm}^3$ y la gravedad específica de este producto seco después del encendido durante ocho horas a 500°C es $<2,5 \text{ g/cm}^3$;

(b) la aparente (suelta) densidad de peso (L.B.D.) del producto después de secado por 12 horas a 120°C es $<0,55 \text{ g/cm}^3$;

(c) la densidad perforada del peso (T.B.D.) del producto después de secado durante 12 horas a 120°C es $<0,70 \text{ g/cm}^3$.

2. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 1, **CARACTERIZADO PORQUE** por lo menos un agente activo es seleccionado del grupo consistente en ácidos carboxílicos de fórmula RCOOH , en donde R es un grupo orgánico que contiene de 7-20 de átomos de carbono, sus sales carboxilatos, sus anhídridos ácidos, sus éteres, sus hálidos ácidos y sus quetonas.

3. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 2, **CARACTERIZADO PORQUE** por lo menos un agente activo es seleccionado del grupo consistente en ácidos carboxílicos de fórmula $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{COOH}$, en donde n es 8-17, sus sales carboxilatos, sus anhídridos ácidos, sus ésteres, sus hálidos acilos y sus ketenas de la fórmula $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{C}=\text{C}=\text{O}$, en donde n es 7-16.

4. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 2, **CARACTERIZADO POR** las siguientes características:

97117

(a) por lo menos un agente activo mencionado que es seleccionado del grupo consistente en ácidos carboxílicos de fórmula $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$, en donde n es 7-16, sus sales carboxilatos, sus anhídridos ácidos, sus ésteres, sus halidos acilos y sus quetonas de la fórmula $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{C}=\text{C}=\text{O}$, en donde n es 6-15;

(b) la concentración mencionada de por lo menos un agente activo se encuentra dentro del orden entre el 0,2 wt% y 10 wt%, calculados como ácido(s) carboxílico(s) y en base al peso del carbonato de calcio;

(c) la mezcla mencionada contiene hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden del 3 a 30 wt. %;

(d) pH mencionado se encuentra dentro del orden de 8 al 11;

(e) la temperatura mencionada se encuentra en el orden entre los 60°C y la temperatura de ebullición de la mezcla de reacción;

(f) forma de operación mencionada es seleccionada de un modo continuo y semi-continuo (intermitente);

(g) velocidad mencionada periférica del mezclador (velocidad-punta) se encuentra por encima de los 5 m/s.;

(h) por lo menos un agente activo es añadido de manera seleccionada desde la introducción al reactor de carbonación y premezclando con la mezcla mencionada de hidróxido de calcio previo a la reacción con el gas mencionado.

5. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 4, **CARACTERIZADO** adicionalmente de por lo menos una de las siguientes características:

(a) por lo menos un agente activo mencionado sea seleccionado del grupo consistente de ácidos carboxílicos de fórmula $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$, en donde n es 7-12, y las sales de calcio del mismo;

(b) concentración mencionada de por lo menos un agente activo se encuentra dentro del orden entre 0,3 wt.% y 5 wt.%, calculado como ácido carboxílico(s) en base al peso del carbonato de calcio;

(c) mezcla mencionada que contiene hidróxido de calcio dentro del orden de 4 a 20 wt.%;

(d) pH mencionado se encuentra dentro del rango de 9 a 10;

(e) temperatura mencionada se encuentra dentro del orden entre 80°C y la temperatura de ebullición de la combinación de la reacción;

(f) modo de operación mencionado es un modo continuo de operación.

6. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 5, **CARACTERIZADO** por lo menos por una de las siguientes características, es decir:

(a) el agente activo mencionado es seleccionado del grupo que consiste en ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico y las sales de calcio del mismo,

(b) concentración mencionada de por lo menos un agente activo que se encuentra dentro del orden entre 0,4 wt% y 3 wt.%, calculado como ácido carboxílico y en base al peso del carbonato de calcio,

(c) la temperatura mencionada se encuentra dentro del orden entre 90°C y la temperatura de ebullición de la combinación, y

(d) la mezcla mencionada contiene hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden entre 5 a 15 wt.%.

7. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 6, **CARACTERIZADO** además de por lo menos una de las características siguientes, es decir:

(a) un agente activo mencionado es seleccionado del grupo consistente de ácido decanoico y las sales de calcio del mismo,

90-119

(b) concentración mencionada de por lo menos un agente activo se encuentra dentro del orden entre 0,4 wt.% y 3 wt.%. calculado como ácido carboxílico y en base al peso del carbonato de calcio.

(c) la temperatura mencionada se encuentra dentro del orden entre 90°C y la temperatura de ebullición de la combinación de la reacción, y

(d) la mezcla mencionada contiene hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden de 5 a 15 wt.%.

8. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 2, **CARACTERIZADO** además por las siguientes características:

(a) por lo menos un agente activo mencionado es seleccionado del grupo consistente en ácidos carboxílicos de fórmula, en donde n es 8-17, sus sales carboxilatos, sus anhídridos ácidos, sus éteres, sus halidos ácidos y sus ketenes de la fórmula $C_nH_{2n-1}C=C=O$, en donde n es 7-16;

(b) la concentración mencionada de por lo menos un agente activo se encuentra dentro del orden entre 0,2 wt% y 10 wt.% calculado como ácido(s) carboxílicos y en base al peso de carbonato de calcio;

(c) la mezcla mencionada contiene hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden de entre 3 a 30 wt.%;

(d) pH mencionado se encuentra dentro del orden de 8 a 11;

(e) temperatura mencionada se encuentra dentro del orden entre 60°C y la temperatura de ebullición de la combinación de la reacción;

(f) modo de operación mencionado es seleccionado de un modo de operación continuo y un semi-continuo (intermitente);

(g) velocidad mencionada periférica del mezclador (velocidad-punta) se encuentra por encima de 5 m/s;

(h) por lo menos un agente activo mencionado es añadido en una forma seleccionada de la introducción al reactor de carbonación y premezclando con mezcla de hidróxido de calcio previa a la reacción con el mencionado gas.

9. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 8, **CARACTERIZADO** además por lo menos una de las siguientes características, es decir:

(a) agente activo mencionado es seleccionado del grupo consistente en ácido undecilénico y las sales del calcio del mismo,

(b) la concentración mencionada de por lo menos un agente activo mencionado se encuentra dentro del orden entre 0.4 wt.% y 3 wy.%, calculado como ácido carboxílico y en base al peso del carbonato de calcio,

(c) temperatura mencionada se encuentra en el orden entre el 80°C y la temperatura de ebullición de la mezcla de la reacción,

(d) el pH mencionado se encuentra dentro del orden de 9 a 10, y

(e) la mezcla mencionada contiene hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden del 5 a 15 wt.%.

10. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 1, **CARACTERIZADO PORQUE** es conducido como un proceso de flotación en una célula de flotación.

11. Un aragonito precipitado particular producido por el proceso de reivindicación 1.

12. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la reivindicación 11, **CARACTERIZADO PORQUE** contiene por lo menos una sal de calcio de ácidos carboxílicos seleccionados de aquellos de la fórmula general $C_nH_{2n+1}COOH$ and $C_nH_{2n-1}COOH$, en donde n es 8-17, en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.%, calculado como ácido(s) carboxílicos y en base al peso del carbonato de calcio.

13. Un aragonito precipitado de partículas de acuerdo a la reivindicación 12, **CARACTERIZADO PORQUE** contiene por lo menos una sal de calcio de ácidos carboxílicos seleccionados de aquellos de la fórmula general : $CH_3(CH_2)_nCOOH$,

en donde $n = 7-16$, en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.%, calculados como ácidos carboxílicos y en base al peso del carbonato de calcio.

14. Un aragonito precipitado particular, **CHARACTERIZADO PORQUE** por lo menos del siguiente criterio (a), (b) y (c):

(a) tiene una gravedad específica $<2,5 \text{ g/cm}^3$ después del secado a 120°C , y una gravedad específica $<2,5 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante ocho horas a 500°C del producto por tanto secado;

(b) tiene un L.B.D. $<0,55 \text{ g/cm}^3$, después de secado a 120°C durante doce horas;

(c) tiene un T.B.D. $<0,70 \text{ g/cm}^3$, después de secado a 120°C durante doce horas.

15. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CHARACTERIZADO PORQUE** por lo menos uno de los siguientes criterios (a), (b) y (c):

(a) tiene una gravedad específica $<2,3 \text{ g/cm}^3$ después del secado a 120°C , y una gravedad específica $<2,3 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante ocho horas a 500°C del producto por tanto secado;

(b) tiene un L.B.D. $<0,50 \text{ g/cm}^3$, después de secado a 120°C durante doce horas;

(c) tiene un T.B.D. $<0,60 \text{ g/cm}^3$, después de secado a 120°C durante doce horas.

16. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 15, **CHARACTERIZADO PORQUE** por lo menos uno de los siguientes criterios (a), (b) y (c):

(a) tiene una gravedad específica $<2,1 \text{ g/cm}^3$ después del secado a 120°C , y una gravedad específica $<2,1 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante ocho horas a 500°C del producto por tanto secado;

(b) tiene un L.B.D. $<0,45 \text{ g/cm}^3$, después de secado a 120°C durante doce horas;

(c) tiene un T.B.D. $<0,55 \text{ g/cm}^3$, después de secado a 120°C durante doce horas.

17. Un aragonito precipitado particular **CARACTERIZADO PORQUE** tiene una gravedad específica $<2,3 \text{ g/cm}^3$ después del secado a 120°C , y una gravedad específica $<2,3 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante ocho horas a 500°C del producto por tanto secado.

18. Un aragonito precipitado particular **CARACTERIZADO PORQUE** tiene una gravedad específica $<1,5 \text{ g/cm}^3$ después del secado a 120°C , y una gravedad específica $<2,3 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante ocho horas a 500°C del producto por tanto secado;

19. Un aragonito precipitado particular **CARACTERIZADO PORQUE** tiene una gravedad específica de $<1,5 \text{ g/cm}^3$ después del secado a 120°C , y una gravedad específica $<2,1 \text{ g/cm}^3$ después del encendido durante ocho horas a 500°C del producto por tanto secado;

20. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** contiene por lo menos una sal de calcio de ácidos carboxílicos seleccionados de la fórmula general $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}\text{COOH}$ y $\text{C}_n\text{H}_{2n-1}\text{COOH}$, en donde n es 8-17, en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.%, calculado como ácido carboxílico(s) y en base al peso del carbonato de calcio.

21. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** contiene por lo menos una sal de calcio de ácidos carboxílicos seleccionados de la fórmula general $\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{COOH}$, en donde n es 7-16, en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.%, calculado como ácido carboxílico(s) y en base al peso del carbonato de calcio

22. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** contiene por lo menos una sal de calcio de ácidos carboxílicos seleccionados de ácido nonaico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido tetradecanoico, ácido octadecanoico y ácido undecilenico, en una cantidad entre 0,2 y 10 wt.%, calculado como ácido carboxílico(s) y en base al peso del carbonato de calcio.

23. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 1, **CARACTERIZADO PORQUE** en donde la gravedad específica mencionada después del secado es $<2,3 \text{ g/cm}^3$, la mencionada gravedad específica después del encendido es $<2,3 \text{ g/cm}^3$, L.B.D. mencionado es $<0,50 \text{ g/cm}^3$. y el mencionado T.B.D. es $<0,60 \text{ g/cm}^3$.
24. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 1, **CARACTERIZADO PORQUE** en donde la gravedad específica mencionada después del secado es $<2,1 \text{ g/cm}^3$, la mencionada gravedad específica después del encendido es $<2,1 \text{ g/cm}^3$, L.B.D. mencionado es $<0,45 \text{ g/cm}^3$. y el mencionado T.B.D. es $<0,55 \text{ g/cm}^3$.
25. Un proceso de acuerdo a la reivindicación 1, **CARACTERIZADO PORQUE** en donde cada gravedad específica mencionada es determinada sustancialmente como es descrita en el Ejemplo 14(E), el mencionado L.B.D. se determina sustancialmente como se describe en el Ejemplo 14 (F), el mencionado T.B.D. se determina sustancialmente como descrito en el Ejemplo 14 (G).
26. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** en donde cada gravedad específica mencionada es determinada sustancialmente como es descrita en el Ejemplo 14(E), el mencionado L.B.D. se determina sustancialmente como se describe en el Ejemplo 14 (F), y el mencionado T.B.D. se determina sustancialmente como descrito en el Ejemplo 14 (G).
27. -Un aragonito precipitado particular sustancialmente puro de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) por lo menos el 95%.
28. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) al 90%.
29. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) $< 90\%$.

30. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) > 75%.

31. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) > 50%.

32. Un aragonito precipitado particular sustancialmente puro de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) de por lo menos el 95%.

33. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) de por lo menos 90%.

34. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) < 90%.

35. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 14 **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) > 75%.

36. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la reivindicación 14, de pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) > 50%.

37. Un proceso para producir carbonato de calcio precipitado particular, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende la reacción de una mezcla acuosa de hidróxido de calcio con un gas seleccionado del grupo que consiste en dióxido de carbono y gas que lo contenga, en donde los parámetros del mencionado proceso, incluyendo por lo menos un agente activo preseleccionado, modo de operación, concentraciones de operación de materias primas, temperatura de operación, velocidad de operación de mezclador pH de operación, en donde por lo menos un agente activo es seleccionado del grupo consistente en ácidos nonanoico, ácido decanoico, ácido tetradecanoico, ácido octadecanoico y ácido

undecilenico, sus sales carboxilatos, sus ácidos anhídridos, sus ésteres, sus hálidos acilos y sus quetonas.

38. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 37, CARACTERIZADO PORQUE además comprende:

- a) concentración mencionada de por lo menos un agente activo dentro del orden entre 0,2 wt. % y 10 wt. % calculado como ácidos carboxílicos en base al peso del carbonato de calcio;
- b) mezcla mencionada que contiene hidróxido de calcio dentro del orden del 3 al 30 wt. %;
- c) el mencionado pH se encuentra dentro del orden de 8 a 11;
- d) la temperatura mencionada en el orden entre 60°C y la temperatura de ebullición de la combinación de la reacción;
- e) el mencionado modo de operación es seleccionado de un modo de operación continuo y semi-continuo (intermitente).
- f) Periférica velocidad del mezclador mencionada (velocidad-punta) por encima del los 5 m/s;
- g) Por lo menos un agente activo mencionado se añade en una forma seleccionada desde la introducción al reactor de carbonación y premezclando con mezcla de hidróxido de calcio previo a la reacción del gas mencionado.

39. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 38, CARACTERIZADO PORQUE además por lo menos de una de las siguientes características:

- (a) por lo menos un agente activo mencionado es seleccionado del grupo que consiste en ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido dodecanoico, ácido tetradecanoico, ácido ocatadecanoico, y ácido undecilenico, y las sales de calcio de las mismas;
- (b) la concentración mencionada de por lo menos un agente activo se encuentra dentro del orden entre 0,3 wt. % y 5 wt. %, calculada como ácidos carboxílicos y en base al peso del carbonato de calcio;
- (c) mezcla mencionada de hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden de 4 a 20 wt. %;
- (d) pH mencionado se encuentra dentro del orden de 9 a 10;

(e) la temperatura mencionada se encuentra en el orden entre 80°C y la temperatura de ebullición de la combinación de la reacción;

(f) el modo mencionado de operación es un modo continuo de operación.

40.. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 39, **CARACTERIZADO PORQUE** además por lo menos una de las siguientes características, es decir:

(a) el agente activo mencionado es seleccionado del grupo consistente de ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido undecilénico y las sales de calcio del mismo,

(b) la concentración mencionada de por lo menos un agente activo se encuentra dentro del orden entre 0.4 wt.% y 3 wt.%, calculado como ácido carboxílico y en base al peso del carbonato de calcio,

(c) la mencionada temperatura se encuentra en el orden entre el 90°C y la temperatura de ebullición de la combinación de la reacción,

(d) la mezcla mencionada contiene hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden del 5 a 15 wt.%.

41. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 40, **CARACTERIZADO PORQUE** además por lo menos por una de las siguientes características, es decir:

(a) agente activo mencionado es seleccionado del grupo que consiste en ácido decanoico, ácido undecilénico y las sales de calcio del mismo,

(b) la mencionada concentración de por lo menos un agente activo se encuentra dentro del orden entre 0,4 wt.% y 3 wt.%, calculado como ácido carboxílico y en base al peso del carbonato de calcio,

(c) la mencionada temperatura se encuentra dentro del orden entre 90°C y la temperatura de ebullición de la combinación de reacción,

(d) la mezcla mencionada contiene hidróxido de calcio en una concentración dentro del orden del 5 a 15 wt.%.

42. Un proceso de acuerdo a la Reivindicación 38, **CARACTERIZADO PORQUE** es conducido como un proceso de flotación en una célula de flotación.

43. Un aragonito precipitado particular producido por el proceso de Reivindicación 37.

44. Un aragonito precipitado particular sustancialmente puro de acuerdo a la Reivindicación 43, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) de por lo menos 95%.

45. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 43, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) por lo menos 90%.

46. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 43, **CARACTERIZADO PORQUE** la pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) >75%.

47. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 43, **CARACTERIZADO PORQUE** de pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) >50%.

48. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 43, de pureza cristalográfica (aragonito/(aragonito + calcita)) > 40%.

49. Una composición de revestimiento que comprende un aragonito particular precipitado como se define en cualquiera de las reivindicaciones 12 al 22, 26 al 36 y 42 a 48.

50. Una composición de revestimiento de acuerdo a la Reivindicación 49, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

51. Una composición de revestimiento de acuerdo a la reivindicación 49, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular en dispersión acuosa.

52. Una composición de papel que comprende un aragonito precipitado particular **CARACTERIZADO** como se define en cualquiera de las reivindicaciones de 11 a 22, 26 a 36 y 42 a 48.

53. Una composición de papel de acuerdo a la Reivindicación 52, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende sustancialmente aragonito precipitado particular seco.

54. Un aragonito precipitado particular de acuerdo a la Reivindicación 52, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular en dispersión acuosa.

55. Una composición plástica que comprende un aragonito precipitado particular como se define en cualquiera de las reivindicaciones 11 a 21, 26 a 36 y 43 a 48.

56. Una composición plástica de acuerdo a la reivindicación 55, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

57. Una composición de jebe que comprende un aragonito precipitado particular como se define en cualquier reivindicación de 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

58. Una composición de jebe de acuerdo a la Reivindicación 57, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

59. Una composición adsorbente que comprenden un aragonito precipitado particular como se define en cualquiera de las reivindicaciones de 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

60. Una composición adsorbente de acuerdo a la Reivindicación 59, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

61. Una composición de detergente en polvo el cual comprende aragonito precipitado particular como se define en cualquier de las reivindicaciones 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

62. Una composición de detergente en polvo de acuerdo a la Reivindicación 61, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

63. Una composición farmacéutico que comprende un aragonito precipitado particular como se define en cualquiera de las reivindicaciones 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

64. Una composición farmacéutica de acuerdo a la Reivindicación 65, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

65. Una composición farmacéutico de acuerdo a la Reivindicación 65, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular en dispersión acuosa.

66. Una composición agroquímica que comprende un aragonito precipitado particular como se define en cualquiera de las reivindicaciones 11 a 21, 26 a 36 y 43 a 48.

67. Una composición agroquímica de acuerdo a la Reivindicación 68, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

68. Una composición agroquímica de acuerdo a la Reivindicación 68, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado en dispersión acuosa.

69. Una composición química que comprende un aragonito precipitado particular como define en cualquier de las reivindicaciones 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

70. Una composición de sabor de acuerdo a la Reivindicación 69, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

71. Una composición de sabor de acuerdo a la Reivindicación 70, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular en dispersión acuosa.

72. Una composición de fragancia que comprende un aragonito precipitado particular como se definió en alguno de las reivindicaciones 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

73. Una fragancia de composición de acuerdo a la Reivindicación 72, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

74. Una fragancia de composición de acuerdo a la Reivindicación 72, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular en dispersión acuosa.

75. Una composición alimenticia que comprende aragonito precipitado particular como se define en alguno de las reivindicaciones 11a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

76. Una composición alimenticia de acuerdo a la Reivindicación 75, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

77. Una composición alimenticia de acuerdo a la reivindicación 75, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular en dispersión acuosa.

78. Una composición alimenticia que comprende un aragonito precipitado particular como se define en cualquiera de las reivindicaciones 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

111
75+

79. Una composición alimenticia de acuerdo a la reivindicación 78, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

80. Una composición alimenticia de acuerdo a la reivindicación 79, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular en dispersión acuosa.

81. Una composición de pantalla solar que comprende un aragonito precipitado particular como se define en las reivindicaciones 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

82. Una composición de pantalla solar de acuerdo a la Reivindicación 81, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

83. Una composición de pantalla solar de acuerdo a la Reivindicación 81, que comprende aragonito precipitado particular en dispersión adecuada.

84. Una composición conductiva del polvo que comprende un aragonito precipitado particular como se define en alguno de las reivindicaciones 11 a 22, 26 a 36 y 43 a 48.

85. Una composición conductiva de poder de acuerdo a la Reivindicación 84, **CARACTERIZADO PORQUE** comprende aragonito precipitado particular sustancialmente seco.

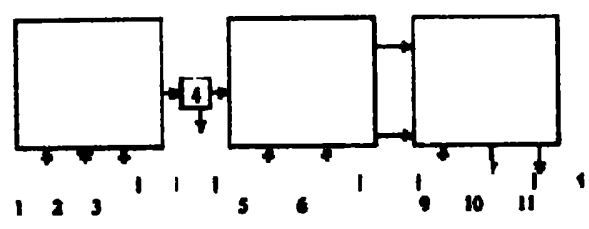


FIGURA 1.

Fig

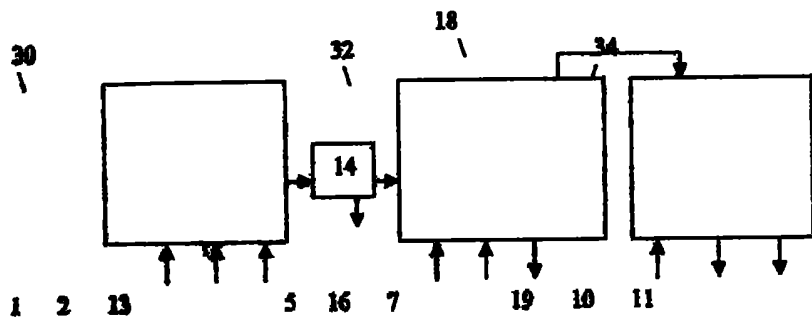


FIGURA 2

3/9

8

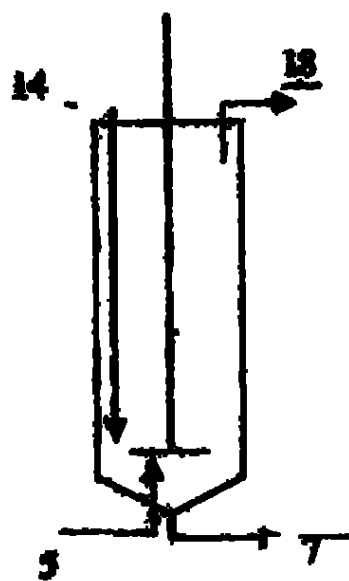


FIGURA 3

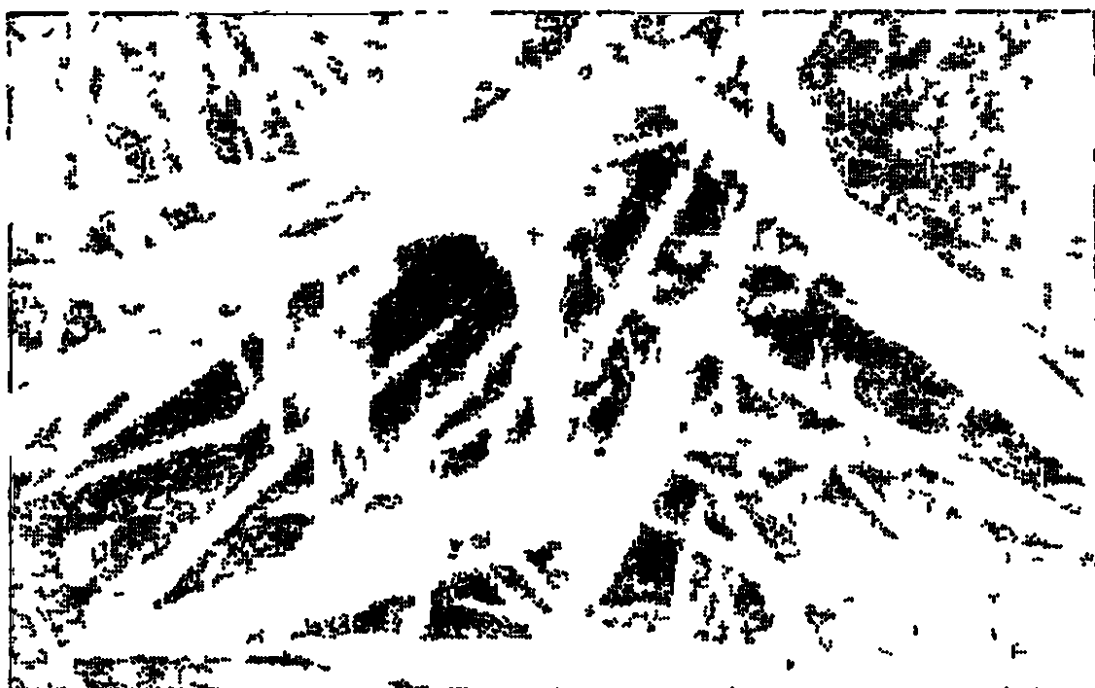


FIGURA 4

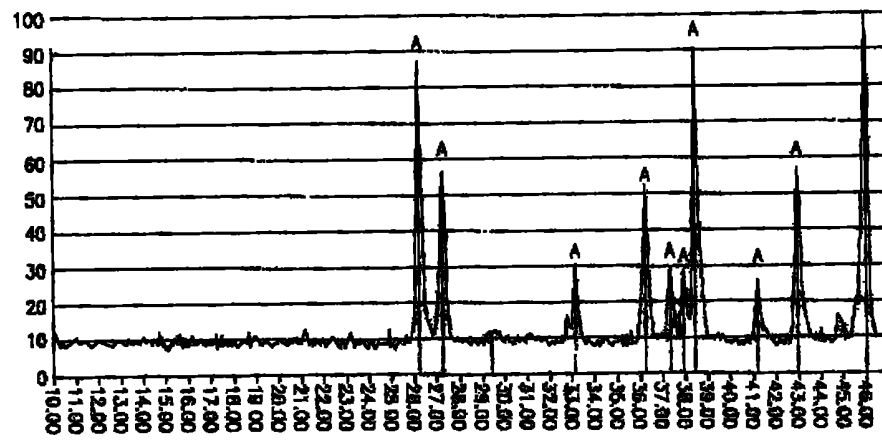


FIGURE 1

178

6/9



FIGURA 6

7/9

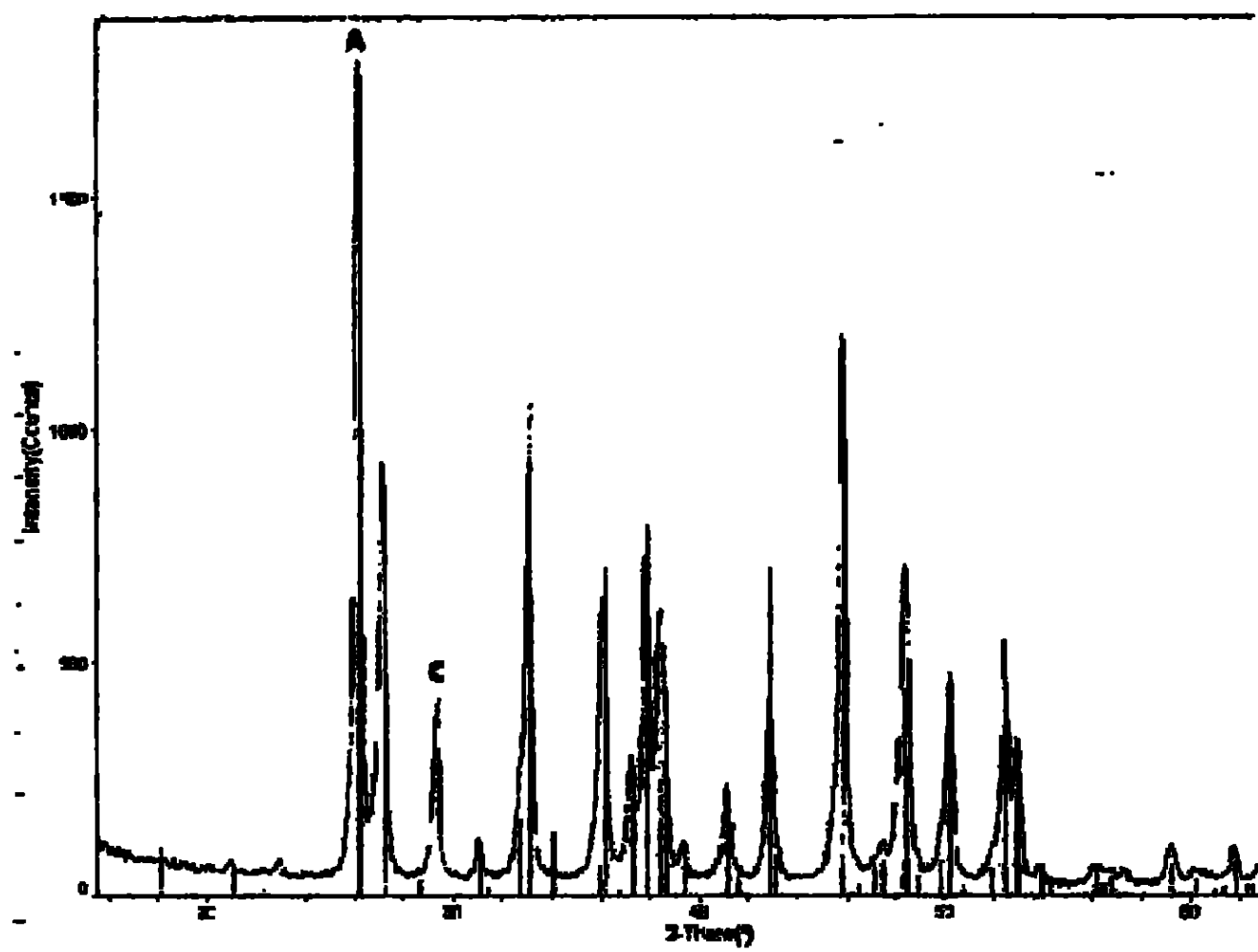


FIGURA 7



FIGURA 8

120-140

9/9

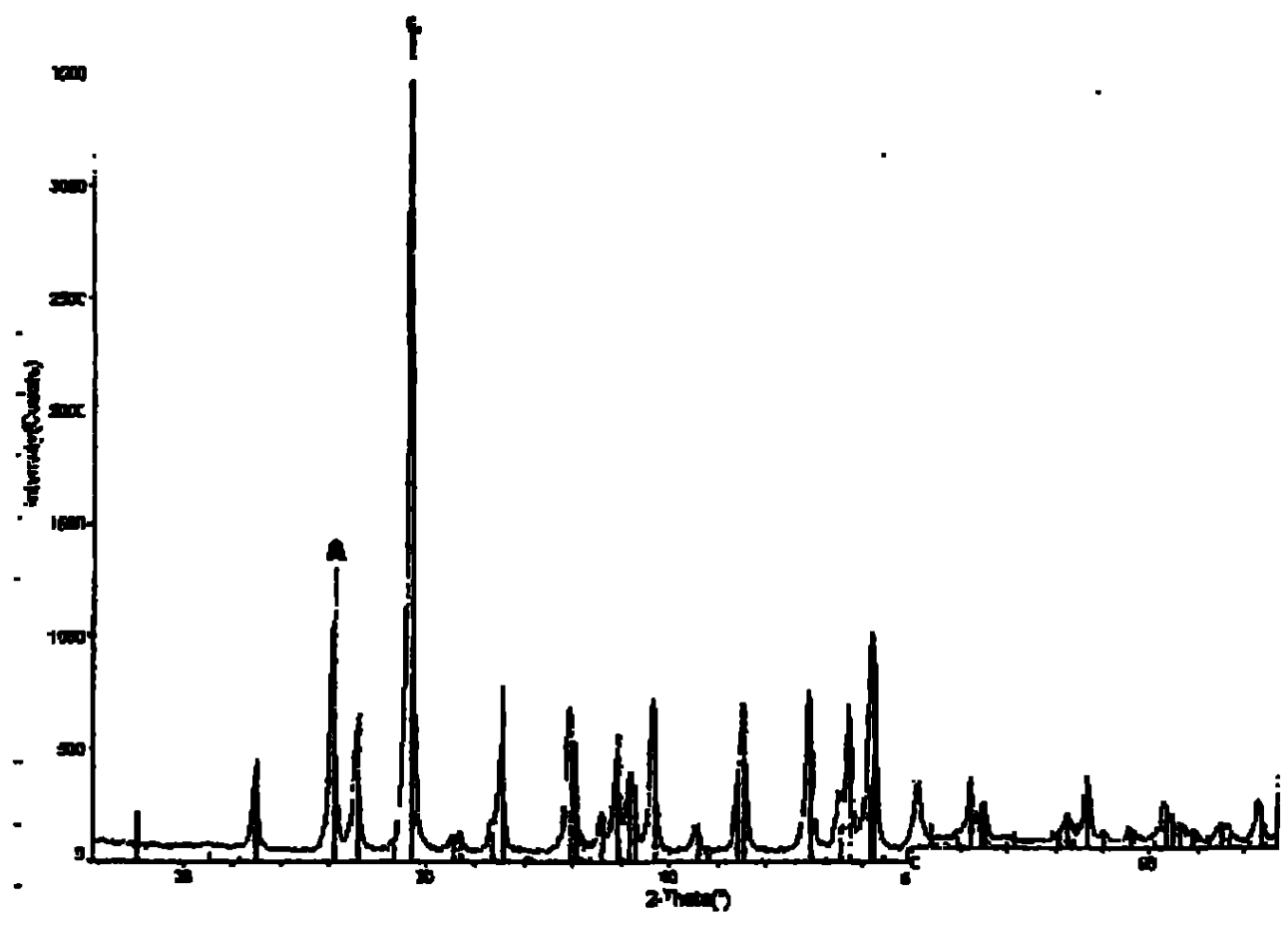


FIGURA 9



Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

NIT : 800176089

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO

Radicación : C1017435 0022273

Folios: 142

Fecha (USD): 2001-03-05 17:14:13

Trasite : C22 PATENTES D 1 REGISTRAR 411 PRESENCIA

Dependencia: C223 DIVISION DE NUEVOS EXPEDIENTES

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 1 - 14,621
FECHA : MARZO 5 DE 2001

C O P I A

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
GOMEZ PINZON Y ASOCIADOS CONSIGNACION		BANCO POPULAR	050-00110-6	4028975	02/03/2001	456,640.00

***** C O N C E P T O *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	356,640.00
	TOTAL :	\$ 356,640.00

SOM: TRESCIENTOS CINCUENTA Y SEIS MIL SEISCIENTOS CUARENTA PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No.

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
e-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia



122
142

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA Y COMERCIO
Radicación : 01017125 00220000 Folios: 142
Fecha (GSD): 2021-03-05 17:14:13
NIT : 800176. Resolte : 032 CORTES D I FOMESTAL/ 411 PRECET
Dependencia: SACO DIVISION DE CENOS DECEDES

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 1 - 14,622.
FECHA : MARZO 5 DE 2001

C O P I A

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
GOMEZ PINZON Y ASOCIADOS CONSIGNACION		BANCO POPULAR	050-00110-6	4028975	02/03/2001	456,640.00

***** CONCEPTO *****

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	02 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN NU	100,000.00
	TOTAL :	\$ 100,000.00

SOM: CIENTO MIL PESOS

RESPONSABLE :

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No.

6.9.6.1

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 350 5220
e-mail: info@sic.gov.co
www.sic.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia

REQUISITOS MINIMOS PARA ADMISION A TRAMITE

PATENTE DE INVENCION [☒]

MODELO DE UTILIDAD [☐]

- Indicación de que se solicita la concesión de una patente [☐]
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud [☐]
- Descripción de la invención [☐]
- Dibujos de ser estos pertinentes [☐]
- Comprobante de Pago de las tasas establecidas [☐]

COMPLETA [☒]

INCOMPLETA [☐]

DISEÑO INDUSTRIAL [☐]

- Indicación de que se solicita el registro de Diseño Industrial [☐]
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud [☐]
- Representación gráfica y fotográfica del Diseño Industrial o muestra del material que incorpora el diseño [☐]
- Comprobante de pago de las tasas establecidas. [☐]

COMPLETA [☐]

INCOMPLETA [☐]

ESQUEMA DE TRAZADO [☐]

- Indicación de que se solicita el registro de un Esquema de trazado [☐]
- Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud [☐]
- Representación gráfica del esquema de trazado [☐]
- Comprobante de pago de las tasas establecidas [☐]

COMPLETA [☐]

INCOMPLETA [☐]


Firma Responsable

Fecha. _____

Carrera 13 No. 27-00 Piso 5 y 10
Conmutador: 334 12 21-2-3-4
Fax: 281 31 25 e-mail: info@ic.gov.co
Santa Fe de Bogotá D.C. - Colombia

2020
Bogotá, D.C.

Doctor
MAURICIO JARAMILLO CAMPUZANO

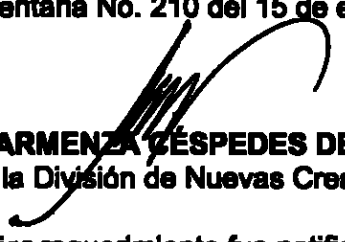
REFERENCIA:	Radicación No.	01-17435
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	430
	Oficio No.	1396
	Folios	001

Como resultado del examen de forma, realizado con fundamento en el artículo 38 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica que:

- Debe allegar el poder otorgado al abogado que aparece en la solicitud como apoderado, con el lleno de los requisitos exigidos en el Código de Procedimiento Civil. Adicionalmente, deberá presentar el documento que acredita la existencia y representación legal de la sociedad solicitante.
- Debe indicarse el lugar de constitución de la sociedad solicitante (Art. 27-c, D 486/00).
- Debe allegar copia del documento en que consta la cesión del derecho a la patente otorgado por el inventor al solicitante o a su causante (art. 26-k, Dec 486/2000).

En cumplimiento del artículo 39 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le requiere para que dentro del término de dos (2) meses siguientes a la fecha de notificación del presente oficio, complete los requisitos anteriormente enunciados. En caso de no dar cumplimiento al presente requerimiento, la solicitud se considerará abandonada y perderá su prelación.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el artículo 8 de la Resolución Reglamentaria No. 210 del 15 de enero del 2001.


ALIX CARMENZA RÍSPEDES DE VERGEL
Jefe de la División de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista de fecha 10 MAYO 2001.

Se recuerda al interesado que debe presentar, dentro de los dieciséis meses siguientes contados a partir de la fecha de presentación de la solicitud cuya prioridad se invoca, copia de la misma certificada por la autoridad que la expidió y, en los casos en que haya lugar, la traducción simple del capítulo reivindicatorio. El incumplimiento de este plazo, acarreará la pérdida de la prioridad invocada.

202027/202022

Carrera 13 No. 27-00 Pisos 5, 7 y 10
Conmutador: 382 0840
Fax: 382 2695
E-mail: Info@slc.gov.co
Bogotá, D.C., Colombia