

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO			
RAD:	13-173837- -6	FECHA:	2014-12-05 14:30:56
DEP:	2020 DIRECCION DE NUEVAS CREACIONES	EVE:	378 FASE NACIONAL INCLUIDO CAPITULO I
TRA:	11 PCT-PATENTE DE INVENCION CAPITULOS I Y II	FOLIOS:	15
ACT:	519 PRESENTACION		

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES

2020
Bogotá, D.C.,

Abogado(a)/Señor(a)
JUANITA ACOSTA GÓMEZ

Asunto: Radicación: 13-173837- -6
 Trámite: 11
 Evento: 378
 Actuación: 519
 Oficio: 15208
 Folios: 15

Patente de Invención	X			Patente de Modelo de Utilidad	
Vía Nacional					
Vía PCT (Fase Nacional)	X	Capítulo I	X	Capítulo II	
No. Solicitud Internacional	PCT/GB2011/001769				
Fecha de Presentación Internacional	23/12/2011				

Como resultado del examen de fondo realizado, con fundamento en el Artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se comunica:

1. Documentos estudiados

Descripción:	Rad. N° 13-173837-00000-0000	23/Julio/2013
Reivindicaciones:	Rad. N° 13-173837-00005-0000	16/Octubre/2014
Dibujos:	Rad. N° 13-173837-00000-0000	23/Julio/2013
Prioridad:	US 12/977,425	23/Diciembre/2010

2. Análisis de la Prioridad

Se acepta la reivindicación de prioridad porque ésta solicitud fue presentada dentro del plazo establecido (Art. 9 D 486) y su contenido técnico corresponde con el de la prioridad reivindicada.

3. Objeto de la invención

De acuerdo con lo establecido en el numeral 1.2.2.2 del Capítulo Primero del Título X de la Circular Única para efectos del examen de patentabilidad, se tendrá en cuenta la tasa pagada por el solicitante al momento de comenzar el examen para las reivindicaciones adicionales; esto es que cuando la solicitud contenga más de diez (10) reivindicaciones y no se haya pagado la tasa complementaria, sólo se estudiarán las cubiertas por la tasa pagada. Por lo tanto, se estudiaran las reivindicaciones 1 a 27.

Título de la solicitud: “Fluidos de perforación con un potencial de escurridura disminuido” (Ver página 2 del radicado N° 13-173837-00005-0000).

El problema planteado en esta solicitud consiste en mejorar composiciones de fluidos de perforación para aplicaciones subterráneas que tienen una estabilidad de emulsión ampliada y un potencial disminuido de escurridura de barita.

Para resolver este problema técnico, la solicitud en estudio proporciona un método que comprende ubicar un fluido de perforación en una formación subterránea, donde el fluido comprende, una emulsión invertida, la emulsión invertida comprende una fase continua de fluido oleaginoso, una fase interna de fluido acuoso, y un surfactante, un agente espesante, y partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal. La invención además proporciona otros métodos para la colocación de los fluidos de perforación de emulsión inversa en una formación subterránea a través de un pozo.

El objeto de la presente solicitud se relaciona con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP): C 09 K 8/36 // 8/03.

4. Reivindicaciones relativas a un uso o a un segundo uso (Art 14 y 21 D 486)

El objeto de las reivindicaciones 1, 10 y 13 hacen referencia a un uso “*ubicar un fluido de perforación en una formación subterránea a través de la penetración de la formación subterránea*”, “*perforar un pozo en una formación subterránea con un fluido de perforación*”; no son características técnicas que defina a la invención, lo cual no es permitido de acuerdo al art. 14. Por lo tanto, las mencionadas reivindicaciones no son patentables. Nótese que dichas reivindicaciones indican como paso único del supuesto método la aplicación de un fluido de perforación.

5. De la solicitud de patente

Reivindicaciones (Art 30 D 486, Art 22 PCT)

Durante la evaluación de claridad y concisión de las reivindicaciones, esta Oficina encontró que:

- Las reivindicaciones 6, 10, 14 y 17, no son claras porque presentan resultados a obtener “*el fluido de perforación posee una densidad que cambia en menos de aproximadamente 5% en el transcurso de por lo menos aproximadamente 62 horas en envejecimiento estático*”, lo cual no es permitido, puesto que las citadas reivindicaciones incluirían no sólo la solución propuesta por el solicitante, sino todas las alternativas presentes o futuras que lleguen a ese resultado.
- Las reivindicaciones 1, 12, 13, 15, 18 y 21 no son claras porque presentan efectos efectos “*una porción de las partículas coloidales actúa recíprocamente con el surfactante para formar una estructura de apoyo asociativa que inhibe la escurridura del agente espesante*”, “*el fluido de perforación tiene un caudal de escurridura de a los sumo aproximadamente 5 mm/hr*”, lo cual no es permitido. Las reivindicaciones deben caracterizar un producto por la forma o constitución del mismo y las partes que lo componen, por su parte, las reivindicaciones de método se deben caracterizar por una secuencia de etapas técnicas con sus condiciones (materias primas, equipos, temperaturas, flujos, presiones, etc.), por medio de las cuales se transforme una materia en un producto o se obtenga un resultado. No se aceptan reivindicaciones que caractericen resultados, usos, ventajas o efectos.
- Las reivindicaciones 1, 10, 13, 17, 21, 26 y 27 no son claras porque presentan términos generales “*surfactante*”, “*agente espesante*”, “*fluido acuoso*”, “*fluido*

oleaginoso”, *“otro tipo de partícula coloidal”*, que sugieren de forma imprecisa que la protección se extiende a otras posibles variaciones o modificaciones. Se sugiere sustituirlas por un término preciso o un rango concreto.

- Las reivindicaciones 3, 5, 6, 10, 12, 13, 15, 20 y 23 no son claras porque presentan términos indefinidos y/o imprecisos *“inferior”*, *“menos”*, *“aproximadamente”*, *“por lo menos”*, *“a lo sumo”*, *“pluralidad”*, utilizados para definir el rango de varias características de los métodos y de los productos deben eliminarse. Estos términos no permiten establecer un intervalo puntual para cada una de las características técnicas, no siendo estas precisas y por lo tanto no claras, ya que no permiten una comparación con el estado de la técnica. Se sugiere sustituirlas por un término preciso o un rango concreto.
- Las reivindicaciones 1, 10 y 13, tienen por objeto un método, sin embargo no muestra la secuencia de etapas técnicas por medio de las cuales se transforme una materia en un producto o se obtenga un resultado. Es así como los “pasos” se limitan a suministrar una serie de elementos (materias primas, etc.) pero no enseña las etapas técnicas con sus condiciones técnicas (temperaturas, flujos, presiones, etc.), por todo lo anterior estas reivindicaciones no son claras. Además dichas reivindicaciones independientes dadas sus características técnicas hacen más relación a una composición que aun método, lo cual hace difícil definir cuál es el objeto que se busca proteger. Se sugiere realizar las aclaraciones respectivas o definir la invención por sus características esenciales y estructurales, teniendo en cuenta de no modificar o ampliar la material ya divulgada.
- Las reivindicaciones 10 y 13, han sido redactadas como independientes. Sin embargo, reclaman la misma materia, por lo tanto, el capítulo reivindicatorio no es conciso. Similarmente las reivindicaciones 17 y 21 reclaman la misma materia. Se le sugiere al solicitante incluir todas las características técnicas de la invención en una única reivindicación independiente.
- Las reivindicaciones 17 y 21, no son claras por que la composición está caracterizada de forma muy general *“un fase continua de fluido oleaginoso”*, *“una fase interna de fluido acuoso”*, *“un surfactante”*, *“partículas de barita”*, *“un agente espesante”*, y *“partículas coloidales”*, la composición no está caracterizada por sus característica técnicas esenciales como la composición y sus rangos, lo cual no es posible, dado que un producto se debe definir por la forma o constitución del mismo, las partes que lo componen.
- Se le sugiere al solicitante escribir las reivindicaciones de tal forma que deje en claro lo que es conocido en el estado de la técnica y las características que hacen que su invención sea nueva e inventiva precedidas de la frase “caracterizado por”, de tal forma que quede claro el aporte de su invención al estado de la técnica.
- El capítulo reivindicatorio no es conciso porque contiene un excesivo número de reivindicaciones independientes, lo cual hace difícil definir cuál es el objeto que se busca proteger. Se sugiere reducir el número de reivindicaciones independientes a una sola reivindicación de método y producto, donde se presenten todas las características técnicas particulares en las reivindicaciones dependientes que se consideren necesarias.

6. Determinación del Estado de la Técnica

El estado de la técnica se determinó con base en la fecha de presentación de la solicitud de prioridad, es decir, 23 de diciembre de 2010.

Consultadas las fuentes de información con que se cuenta, se encontró el siguiente documento que anticipa el objeto de esta solicitud:

Ítem	Documento	Título	Fecha de Publicación*
D1	US 2009/258799	"Wellbore fluids possessing improved rheological and anti-sag properties"	15/Octubre/2009

El documento D1¹ divulga un fluido del pozo que incluye un fluido de base; un agente de ponderación que tiene un D90 mayor que 30 micras; y un agente de carga micronizado que tiene un D90 de menos de 25 micras, donde el agente de carga micronizado comprende menos de 30 por ciento en volumen de los agentes de ponderación totales (resumen).

7. Examen de Patentabilidad (Art 14 D486)

El siguiente examen de patentabilidad se realizó teniendo en cuenta las objeciones señaladas en los numerales 4 y 5 de la presente comunicación.

Novedad (Art 16 D486)

La reivindicación 10 consiste en "*Un método que comprende (...)*" (Ver página 18 del radicado N° 13-173837-00005-0000).

Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:

Características esenciales	D1
Un método que comprende:	Un método de perforación de un pozo mediante la adición de (Resumen; Párrs. 16 a 20, Reivindicación 25).
Perforar un pozo en una formación subterránea con un fluido de perforación que está exento de arcillas organofílicas y comprende:	La perforación del pozo utilizando el fluido de perforación (Reivindicación 25). Fluido de pozo (Resumen; Párrs. 16 a 20, Reivindicaciones 1 y 22). Pueden ser incluidas arcillas organofílicas (Pág. 6. Párr. 55), por tanto, se pueden incluir o no en la composición.
Una emulsión invertida, la emulsión invertida comprende:	Un fluido de base (Resumen; Párrs. 16 a 20). Un fluido no oleaginoso como una fase discontinua (Párr. 18).
Una fase continua de fluido oleaginoso.	El fluido de base puede contener un fluido oleaginoso como una fase continua (Párr. 18, Reivindicación 22).
Una fase interna de fluido acuoso.	Un fluido acuoso como el líquido base (Pág. 5, Párr. 50).
Un surfactante.	Otros aditivos que se pueden incluir son, entre otros, agentes, como (...) surfactantes, (...) y productos de limpieza (Párr. 55).
Partículas de barita que tienen un tamaño de lo sumo 45 micrones.	Los agentes de ponderación utilizados en algunas realizaciones descritas en este documento pueden incluir una variedad de compuestos bien conocidos para un experto en la técnica. En una realización particular, el agente de carga puede seleccionarse de uno o más de los materiales que incluyen, por ejemplo, sulfato de bario (barita), carbonato de calcio (calcita), dolomita, haussmanite (u otras formas de tetraóxido de manganeso), ilmenita, hematita u otros minerales de hierro, olivino, siderita, óxido de manganeso y sulfato de estroncio (Párr. 26). El agente de carga comprende al menos uno de barita (...) (Reivindicación 9).

¹ [http://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/originalDocument?](http://worldwide.espacenet.com/publicationDetails/originalDocument?CC=US&NR=2009258799A1&KC=A1&FT=D&ND=3&date=20091015&DB=EPODOC&locale=en_EP)

CC=US&NR=2009258799A1&KC=A1&FT=D&ND=3&date=20091015&DB=EPODOC&locale=en_EP

	Un agente de ponderación que tiene un D90 (diámetro de 90% partículas) superior que 30 micras (Reivindicación 1) (Resumen; Párrs. 16 a 20), el agente de carga comprende D90 de al menos aproximadamente 45 micras (Reivindicación 8).
Y partículas coloidales.	En algunas realizaciones, los agentes de ponderación incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D ₅₀) de menos de 10 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico. En otras realizaciones, los agentes de ponderación incluyen dispersan partículas coloidales sólidas con un diámetro medio de partícula de peso (D ₅₀) de menos de 8 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico; menos de 6 micras en otras formas de realización; menos de 4 micras en otras formas de realización; y menos de 2 micras en otras formas de realización (Párr. 38).

De acuerdo con la tabla anterior, las características esenciales del método de la reivindicación 10 habrían sido divulgadas previamente en el documento D1, por lo tanto, la materia reivindicada no es nueva.

En consecuencia, la reivindicación 10 no es nueva, según lo divulgado en el documento D1.

Asimismo, el documento D1 divulga las características de las reivindicaciones dependientes así

- Reivindicación 11, el agente de carga micronizado comprende al menos uno de barita, carbonato de calcio, dolomita, ilmenita, hematita, olivino, siderita, y sulfato de estroncio (Reivindicación 10).

De igual manera, la reivindicación dependiente12, no menciona características técnicas tangibles adicionales que puedan brindarle novedad al objeto de la reivindicación 10, puesto que esta se encuentra redactada en términos de usos o resultados.

Por tanto, las reivindicaciones dependientes 11 y 12 no mencionan alguna característica que haga nuevo el método de la reivindicación 10, por lo cual se considera que no son nuevas.

Ahora bien, la reivindicación 13 consiste en “*Un método que comprende (...)*” (Ver página 18 del radicado N° 13-173837-00005-0000).

Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:

Características esenciales	D1
Un método que comprende:	Un método de perforación de un pozo mediante la adición de (Resumen; Párrs. 16 a 20, Reivindicación 25).
Perforar un pozo en una formación subterránea con un fluido de perforación que está exento de arcillas organofílicas y comprende:	La perforación del pozo utilizando el fluido de perforación (Reivindicación 25). Fluido de pozo (Resumen; Párrs. 16 a 20, Reivindicaciones 1 y 22). Pueden ser incluidas arcillas organofílicas (Párr. 55), por tanto, se pueden incluir o no en la composición.
Una emulsión invertida, la emulsión invertida comprende:	Un fluido de base (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20). Un fluido no oleaginoso como una fase discontinua (Párr. 18).
Una fase continua de fluido oleaginoso.	El fluido de base puede contener un fluido oleaginoso como una fase continua (Pág. 2, Párr. 18,

	Reivindicación 22).
Una fase interna de fluido acuoso.	Un fluido acuoso como el líquido base (Párr. 50)
Un surfactante.	Otros aditivos que se pueden incluir son, entre otros, agentes, como (...) surfactantes, (...) y productos de limpieza (Párr. 55).
Partículas de barita que tienen un tamaño de lo sumo 45 micrones.	Los agentes de ponderación utilizados en algunas realizaciones descritas en este documento pueden incluir una variedad de compuestos bien conocidos para un experto en la técnica. En una realización particular, el agente de carga puede seleccionarse de uno o más de los materiales que incluyen, por ejemplo, sulfato de bario (barita), carbonato de calcio (calcita), dolomita, haussmanite (u otras formas de tetraóxido de manganeso), ilmenita, hematita u otros minerales de hierro, olivino, siderita, óxido de manganeso y sulfato de estroncio (Párr. 26). El agente de carga comprende al menos uno de barita (...) (Reivindicación 9). Un agente de ponderación que tiene un D90 (diámetro de 90% partículas) superior que 30 micras (Reivindicación 1) (Resumen; Párrs. 16 a 20), el agente de carga comprende D90 de al menos aproximadamente 45 micras (Reivindicación 8).
Y partículas coloidales.	En algunas realizaciones, los agentes de ponderación incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D ₅₀) de menos de 10 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico. En otras realizaciones, los agentes de ponderación incluyen dispersan partículas coloidales sólidas con un diámetro medio de partícula de peso (D ₅₀) de menos de 8 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico; menos de 6 micras en otras formas de realización; menos de 4 micras en otras formas de realización; y menos de 2 micras en otras formas de realización (Párr. 38).

De acuerdo con la tabla anterior, las características esenciales del método de la reivindicación 13 habían sido divulgadas previamente en el documento D1, por lo tanto, la materia reivindicada no es nueva.

En consecuencia, la reivindicación 13 no es nueva, según lo divulgado en el documento D1.

Asimismo, el documento D1 divulga las características de las reivindicaciones dependientes así

- Reivindicación 15, el agente de carga micronizado comprende al menos uno de barita, carbonato de calcio, dolomita, ilmenita, hematita, olivino, siderita, y sulfato de estroncio (Reivindicación 10).

De igual manera, las reivindicaciones 14 y 16, no menciona características técnicas tangibles adicionales que puedan brindarle novedad al objeto de la reivindicación 13, puesto que estas se encuentran redactadas en términos de usos o resultados.

Por tanto, las reivindicaciones dependientes 14 a 16 no mencionan alguna característica que haga nuevo el método de la reivindicación 13, por lo cual se considera que no son nuevas.

Nivel Inventivo (Art18 D486)

La reivindicación 1 consiste en “*Un método que comprende (...)*” (incluida bajo el radicado N° 13-173837-00005-0000)

Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:

Características esenciales	D1
Un método que comprende:	Un método de perforación de un pozo mediante la adición de (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20, Reivindicación 25).
Ubicar un fluido de perforación en una formación subterránea a través de la penetración de la formación subterránea, donde el fluido comprende:	La perforación del pozo utilizando el fluido de perforación (Reivindicación 25). Con una composición fluida que comprende (Resumen; Párrs. 16 a 20).
Una emulsión invertida, la emulsión invertida comprende:	Un fluido de base (Resumen; Párrs. 16 a 20). Un fluido no oleaginoso como una fase discontinua (Párr. 18).
Una fase continua de fluido oleaginoso.	El fluido de base puede contener un fluido oleaginoso como una fase continua (Párr. 18).
Una fase interna de fluido acuoso.	Un fluido acuoso como el líquido base (Pág. 5, Párr. 50).
Y un surfactante.	Otros aditivos que se pueden incluir son, entre otros, agentes tensoactivos (...) (Párr. 55).
Un agente espesante.	Los agentes de ponderación utilizados en algunas realizaciones descritas en este documento pueden incluir una variedad de compuestos bien conocidos para un experto en la técnica. En una realización particular, el agente de carga puede seleccionarse de uno o más de los materiales que incluyen, por ejemplo, sulfato de bario (barita), carbonato de calcio (calcita), dolomita, haussmanite (u otras formas de tetraóxido de manganeso), ilmenita, hematita u otros minerales de hierro, olivino, siderita, óxido de manganeso y sulfato de estroncio (Párr. 26).
Y partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal.	No se menciona.

El documento D1 se considera el estado de la técnica cercano a la invención definida en la reivindicación 1 porque divulga un método de perforación de un pozo con un fluido de perforación.

La diferencia entre la invención definida en la reivindicación 1 y el método de D1, consiste en que en este último no se menciona partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas coloidales en la composición del fluido de perforación.

No se evidencia un efecto técnico inesperado o sorprendente el hecho de que el fluido de perforación comprenda partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal, por cuanto el documento D1 divulga un método de perforación de un pozo que comprende agentes de ponderación que incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D₅₀) de menos de 10 micras (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20, Reivindicación 25, Párr. 38), dicho fluido de perforación posee propiedades reológicas mejoradas y/o reducción de decantación (escurridura) de material en suspensión (Párr. 24), que con relación al método propuesto, el efecto sería el mismo.

Por lo tanto, el Problema Técnico Objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: ¿cómo modificar el método conocido en D1 para disponer de un fluido de perforación alternativo con propiedades reológicas mejoradas y estable?.

Sin embargo, una persona normalmente versada en la materia con el saber general de

la técnica conoce que partículas coloidales de estructura fibrosa como la sepiolita proporciona a composiciones de cemento alta estabilidad y propiedades reológicas mejoradas², y dado que el documento D1 enseña un fluido de perforación (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20), que comprende, en algunas realizaciones, agentes de ponderación (agentes espesantes) que incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D_{50}) de menos de 10 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico. En otras realizaciones, los agentes de ponderación incluyen dispersan partículas coloidales sólidas con un diámetro medio de partícula de peso (D_{50}) de menos de 8 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico; menos de 6 micras en otras formas de realización; menos de 4 micras en otras formas de realización; y menos de 2 micras en otras formas de realización (Párr. 38), estaría motivada a incluir partículas fibrosas coloidales en el método que se da a conocer en D1, para disponer de un fluido de perforación alternativo con propiedades reológicas mejoradas y estable, tal como se encuentra reclamado en la reivindicación 1 de la solicitud, motivo por el cual se considera obvia. Cabe decir, que la solución al anterior problema técnico objetivo se encuentra dentro de un diseño y optimización de procesos, lo cual se encuentra dentro de la práctica habitual de la persona versada en la materia que trabaje en la formulación de fluidos de perforación.

Asimismo, el documento D1 divulga las características de las reivindicaciones dependientes así:

- Reivindicaciones 2, los agentes de ponderación utilizados en algunas realizaciones descritas en este documento pueden incluir una variedad de compuestos bien conocidos para un experto en la técnica. En una realización particular, el agente de carga puede seleccionarse de uno o más de los materiales que incluyen, por ejemplo, sulfato de bario (barita) (...) (Párr. 26).
- Reivindicación 3, un agente de ponderación que tiene un D_{90} (diámetro de 90% partículas) superior que 30 micras (Reivindicación 1) (Resumen; Párrs. 16 a 20), el agente de carga comprende D_{90} de al menos aproximadamente 45 micras (Reivindicación 8).
- Reivindicación 4, el agente de carga micronizado comprende D_{90} que varía de aproximadamente 2 a 8 micras (Reivindicación 6).
- Reivindicación 5, alternativamente, un agente de carga micronizado que tiene un D_{50} de menos de 2 micras (Párrs. 17 y 38).
- Reivindicaciones 7 y 8, el agente de carga micronizado comprende al menos uno de barita, carbonato de calcio, dolomita, ilmenita, hematita, olivino, siderita, y sulfato de estroncio (Reivindicación 10).
- Reivindicación 9, el agente de carga comprende al menos uno de barita, carbonato de calcio, dolomita, ilmenita, hematita, olivino, siderita, y sulfato de estroncio (Reivindicación 9).

De igual manera, la reivindicación dependiente 6, no menciona características técnicas tangibles adicionales que puedan brindarle nivel inventivo al objeto de la reivindicación 1, puesto que esta se encuentra redactada en términos de usos o resultados.

La reivindicaciones 24 y 25 se ven afectadas con el conocimiento del técnico, “el experto medio deberá poseer experiencia y contar con un saber general en la materia y con una serie de conocimientos en el campo específico de la invención”⁴, el cual conoce que:

Partículas coloidales de estructura fibrosa como la sepiolita proporciona a

² Artículo 1. Structural properties of sepiolite-reinforced cement composite. T. Kavas, et al. Cement and Concrete Research. Vol. 34. No.11. Noviembre 2004, Pág. 2135–2139.

composiciones de cemento alta estabilidad y propiedades reológicas mejoradas³. Por tal motivo, dado que no se evidencia un efecto técnico inesperado en relación con el estado de la técnica, la persona versada en la materia incluiría partículas de sepiolita en la composición de fluido de perforación aplicado en el método propuesto, motivo por el cual se consideran obvias.

Puesto que las reivindicaciones dependientes 2 a 9, 24 y 25 no mencionan características inventivas adicionales tampoco se pueden considerar inventivas.

Ahora bien, la reivindicación 17 consiste “*Un fluido de perforación exento de arcillas organofílicas (...)*” (Ver página 19 incluida bajo el radicado N° 13-173837-00005-0000)

Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:

Características esenciales	D1
Un fluido de perforación exento de arcillas organofílicas que comprende:	Un fluido de pozo (Resumen; Párrs. 16 a 20, Reivindicaciones 1 y 22). Pueden ser incluidas arcillas organofílicas (Párr. 55), por tanto, se pueden incluir o no en la composición.
Una fase continua de fluido oleaginoso.	El fluido de base puede contener un fluido oleaginoso como una fase continua (Pág. 2, Párr. 18, reivindicación 22).
Una fase interna de fluido acuoso.	Un fluido acuoso como el líquido base (Párr. 50).
Un surfactante.	Otros aditivos que se pueden incluir son, entre otros, agentes, como (...) surfactantes, (...) y productos de limpieza (Párr. 55).
Partículas de barita.	Los agentes de ponderación utilizados en algunas realizaciones descritas en este documento pueden incluir una variedad de compuestos bien conocidos para un experto en la técnica. En una realización particular, el agente de carga puede seleccionarse de uno o más de los materiales que incluyen, por ejemplo, sulfato de bario (barita), carbonato de calcio (calcita), dolomita, haussmanite (u otras formas de tetraóxido de manganeso), ilmenita, hematita u otros minerales de hierro, olivino, siderita, óxido de manganeso y sulfato de estroncio (Párr. 26).
Y partículas coloidales, que comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal.	No menciona

El documento D1 se considera el estado de la técnica cercano a la invención definida en la reivindicación 17 porque divulga la composición de un fluido de perforación para perforación de un pozo subterráneo.

La diferencia entre la invención definida en la reivindicación 17 y el producto de D1, consiste en que en este último no se menciona partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas coloidales en la composición del fluido de perforación.

No se evidencia un efecto técnico inesperado o sorprendente el hecho de que el fluido de perforación comprenda partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal, por cuanto el documento D1 divulga un método de perforación de un pozo que comprende agentes de ponderación que incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D₅₀) de menos de 10 micras (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20, Reivindicación 25, Párr. 38), dicho fluido de perforación posee propiedades reológicas mejoradas y/o reducción de decantación (escurridura) de material en

3 Artículo 1. Structural properties of sepiolite-reinforced cement composite. T. Kavas, et al. Cement and Concrete Research. Vol. 34. No.11. Noviembre 2004, Pág. 2135–2139.

suspensión (Párr. 24), que con relación al método propuesto, el efecto sería el mismo.

Por lo tanto, el Problema Técnico Objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: ¿cómo modificar el producto conocido en D1 para disponer de un fluido de perforación alternativo con propiedades reológicas mejoradas y estable?.

Sin embargo, una persona normalmente versada en la materia con el saber general de la técnica conoce que partículas coloidales de estructura fibrosa como la sepiolita proporciona a composiciones de cemento alta estabilidad y propiedades reológicas mejoradas⁴, y dado que el documento D1 enseña un fluido de perforación (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20), que comprende, en algunas realizaciones, agentes de ponderación (agentes espesantes) que incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D_{50}) de menos de 10 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico. En otras realizaciones, los agentes de ponderación incluyen dispersan partículas coloidales sólidas con un diámetro medio de partícula de peso (D_{50}) de menos de 8 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico; menos de 6 micras en otras formas de realización; menos de 4 micras en otras formas de realización; y menos de 2 micras en otras formas de realización (Párr. 38), estaría motivada a incluir partículas fibrosas coloidales en el método que se da a conocer en D1, para disponer de un fluido de perforación alternativo con propiedades reológicas mejoradas y estable, tal como se encuentra reclamado en la reivindicación 17 de la solicitud, motivo por el cual se considera obvia. Cabe decir, que la solución al anterior problema técnico objetivo se encuentra dentro de un diseño y optimización de procesos, lo cual se encuentra dentro de la práctica habitual de la persona versada en la materia que trabaje en la formulación de fluidos de perforación.

Asimismo, el documento D1 divulga las características de las reivindicaciones dependientes así:

- Reivindicaciones 19, el agente de carga micronizado comprende al menos uno de barita, carbonato de calcio, dolomita, ilmenita, hematita, olivino, siderita, y sulfato de estroncio (Reivindicación 10).
- Reivindicación 20, un agente de ponderación que tiene un D_{90} (diámetro de 90% partículas) superior que 30 micras (Reivindicación 1) (Resumen; Párrs. 16 a 20), el agente de carga comprende D_{90} de al menos aproximadamente 45 micras (Reivindicación 8).

De igual manera, la reivindicación dependiente 18, no menciona características técnicas tangibles adicionales que puedan brindarle nivel inventivo al objeto de la reivindicación 17, puesto que esta se encuentra redactada en términos de usos o resultados.

Puesto que las reivindicaciones dependientes 18 a 20 no mencionan características inventivas adicionales tampoco se pueden considerar inventivas.

Por su parte, la reivindicación 21 consiste a: *“Un fluido de perforación exento de arcillas organofílicas (...)”* (Ver página 19 incluida bajo el radicado N° 13-173837-00005-0000).

⁴ Artículo 1. Structural properties of sepiolite-reinforced cement composite. T. Kavas, et al. Cement and Concrete Research. Vol. 34. No.11. Noviembre 2004, Pág. 2135–2139.

Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:

Características esenciales	D1
Un fluido de perforación exento de arcillas organofílicas que comprende:	Un fluido de pozo (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20, Reivindicaciones 1 y 22). Pueden ser incluidas arcillas organofílicas (Párr. 55), por tanto, se pueden incluir o no en la composición.
Una fase continua de fluido oleaginoso.	El fluido de base puede contener un fluido oleaginoso como una fase continua (Párr. 18, Reivindicación 22).
Una fase interna de fluido acuoso.	Un fluido acuoso como el líquido base (Párr. 50).
Un surfactante.	Otros aditivos que se pueden incluir son, entre otros, agentes, como (...) surfactantes, (...) y productos de limpieza (Párr. 55).
Un agente espesante.	Los agentes de ponderación utilizados en algunas realizaciones descritas en este documento pueden incluir una variedad de compuestos bien conocidos para un experto en la técnica. En una realización particular, el agente de carga puede seleccionarse de uno o más de los materiales que incluyen, por ejemplo, sulfato de bario (barita), carbonato de calcio (calcita), dolomita, haussmanite (u otras formas de tetraóxido de manganeso), ilmenita, hematita u otros minerales de hierro, olivino, siderita, óxido de manganeso y sulfato de estroncio. (Párr. 26). El agente de carga comprende al menos uno de barita (...) (Reivindicación 9).
Y partículas coloidales, que comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal.	No menciona.

El documento D1 se considera el estado de la técnica cercano a la invención definida en la reivindicación 21 porque divulga la composición de un fluido de perforación para perforación de un pozo subterráneo.

La diferencia entre la invención definida en la reivindicación 21 y el producto de D1, consiste en que en este último no se menciona partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas coloidales en la composición del fluido de perforación.

No se evidencia un efecto técnico inesperado o sorprendente el hecho de que el fluido de perforación comprenda partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal, por cuanto el documento D1 divulga un método de perforación de un pozo que comprende agentes de ponderación que incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D_{50}) de menos de 10 micras (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20, Reivindicación 25, Párr. 38), dicho fluido de perforación posee propiedades reológicas mejoradas y/o reducción de decantación (escurridura) de material en suspensión (Párr. 24), que con relación al método propuesto, el efecto sería el mismo.

Por lo tanto, el Problema Técnico Objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: ¿cómo modificar el producto conocido en D1 para disponer de un fluido de perforación alternativo con propiedades reológicas mejoradas y estable?.

Sin embargo, una persona normalmente versada en la materia con el saber general de la técnica conoce que partículas coloidales de estructura fibrosa como la sepiolita proporciona a composiciones de cemento alta estabilidad y propiedades reológicas mejoradas⁵, y dado que el documento D1 enseña un fluido de perforación (Resumen;

5 Artículo 1. Structural properties of sepiolite-reinforced cement composite. T. Kavas, et al. Cement and

Pág. 2, Párrs. 16 a 20), que comprende, en algunas realizaciones, agentes de ponderación (agentes espesantes) que incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D₅₀) de menos de 10 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico. En otras realizaciones, los agentes de ponderación incluyen dispersan partículas coloidales sólidas con un diámetro medio de partícula de peso (D₅₀) de menos de 8 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico; menos de 6 micras en otras formas de realización; menos de 4 micras en otras formas de realización; y menos de 2 micras en otras formas de realización (Párr. 38), estaría motivada a incluir partículas fibrosas coloidales en el método que se da a conocer en D1, para disponer de un fluido de perforación alternativo con propiedades reológicas mejoradas y estable, tal como se encuentra reclamado en la reivindicación 21 de la solicitud, motivo por el cual se considera obvia. Cabe decir, que la solución al anterior problema técnico objetivo se encuentra dentro de un diseño y optimización de procesos, lo cual se encuentra dentro de la práctica habitual de la persona versada en la materia que trabaje en la formulación de fluidos de perforación.

Asimismo, el documento D1 divulga las características de las reivindicaciones dependientes así:

- Reivindicaciones 22, el agente de carga micronizado comprende al menos uno de barita, carbonato de calcio, dolomita, ilmenita, hematita, olivino, siderita, y sulfato de estroncio (Reivindicación 10).
- Reivindicación 23, un agente de ponderación que tiene un D90 (diámetro de 90% partículas) superior que 30 micras (Reivindicación 1) (Resumen; Párrs. 16 a 20), el agente de carga comprende D90 de al menos aproximadamente 45 micras (Reivindicación 8).

Puesto que las reivindicaciones dependientes 22 y 23 no mencionan características inventivas adicionales tampoco se pueden considerar inventivas.

Las reivindicaciones 26 y 27 consisten en “*Un método de la reivindicación (...)*” (Ver página 20 incluida bajo el radicado N° 13-173837-00005-0000)

Comparación de las características técnicas esenciales, con las del estado de la técnica:	
Características esenciales	D1
El método de la reivindicación 10. El método de la reivindicación 13.	Un método de perforación de un pozo mediante la adición de (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20, Reivindicación 25).
Donde las partículas coloidales comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal.	No menciona.

El documento D1 se considera el estado de la técnica cercano a la invención definida en la reivindicaciones 26 y 27 porque divulga un método de perforación de un pozo con un fluido de perforación.

La diferencia entre la invención definida en las reivindicaciones 26 y 27 y el método de D1, consiste en que en este último no se menciona que las partículas coloidales comprenden partículas fibrosas coloidales y otro tipo de partícula coloidal en la composición del fluido de perforación.

No se evidencia un efecto técnico inesperado o sorprendente el hecho de que el fluido de perforación comprenda partículas coloidales que comprenden partículas fibrosas

Concrete Research. Vol. 34. No.11. Noviembre 2004, Pág. 2135–2139.

coloidales y otro tipo de partícula coloidal, por cuanto el documento D1 divulga un método de perforación de un pozo que comprende agentes de ponderación que incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D_{50}) de menos de 10 micras (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20, Reivindicación 25, Párr. 38), dicho fluido de perforación posee propiedades reológicas mejoradas y/o reducción de decantación (escurridura) de material en suspensión (Párr. 24), que con relación al método propuesto, el efecto sería el mismo.

Por lo tanto, el Problema Técnico Objetivo que pretende resolver esta invención se puede formular así: ¿cómo modificar el método conocido en D1 para disponer de un fluido de perforación alternativo con propiedades reológicas mejoradas y estable?.

Sin embargo, una persona normalmente versada en la materia con el saber general de la técnica conoce que partículas coloidales de estructura fibrosa como la sepiolita proporciona a composiciones de cemento alta estabilidad y propiedades reológicas mejoradas⁶, y dado que el documento D1 enseña un fluido de perforación (Resumen; Pág. 2, Párrs. 16 a 20), que comprende, en algunas realizaciones, agentes de ponderación (agentes espesantes) que incluyen partículas coloidales sólidas dispersas con un diámetro medio de partícula de peso (D_{50}) de menos de 10 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico. En otras realizaciones, los agentes de ponderación incluyen dispersan partículas coloidales sólidas con un diámetro medio de partícula de peso (D_{50}) de menos de 8 micras que están recubiertas con un agente desfloculante o un agente dispersante polimérico; menos de 6 micras en otras formas de realización; menos de 4 micras en otras formas de realización; y menos de 2 micras en otras formas de realización (Párr. 38), estaría motivada a incluir partículas fibrosas coloidales en el método que se da a conocer en D1, para disponer de un fluido de perforación alternativo con propiedades reológicas mejoradas y estable, tal como se encuentra reclamado en la reivindicaciones 26 y 27 de la solicitud, motivo por el cual se consideran obvias. Cabe decir, que la solución al anterior problema técnico objetivo se encuentra dentro de un diseño y optimización de procesos, lo cual se encuentra dentro de la práctica habitual de la persona versada en la materia que trabaje en la formulación de fluidos de perforación.

8. Conclusión

Los requisitos de Patentabilidad de la presente solicitud están afectados así:

Item	Documento	Reivindicaciones afectadas	Requisito que afecta
D1	US 2009/258799	10 a 16 1 a 9, 17 a 27	Novedad/Nivel Inventivo Nivel Inventivo

9. Respuesta a los argumentos del señor solicitante

Argumentos con respecto al estudio de novedad

El señor solicitante reitera que “(...) D1 no revela una pluralidad de partículas coloidales que comprenden partículas coloidales fibrosas y al menos otro tipo de partícula fibrosa (...) D1 no menciona una morfología de partícula específica, especialmente ninguna partícula fibrosa (...) D1 no revela partículas de barita que tienen un tamaño menor a 45 micrones (...) aunque D1 muestra algunas partículas agentes que se encuentran en un rango menor a 45 micrones (...) otras partículas que están presentes en D1 superan tales medidas (...) De manera concordante, D1 falla al enseñar las partículas de barita que poseen un tamaño máximo 45 micrones (...), por ende la invención puede ser considerada como novedosa y con nivel inventivo sobre el estado de la técnica presentado por el Examinador”.

⁶ Artículo 1. Structural properties of sepiolite-reinforced cement composite. T. Kavas, et al. Cement and Concrete Research. Vol. 34. No.11. Noviembre 2004, Pág. 2135–2139.

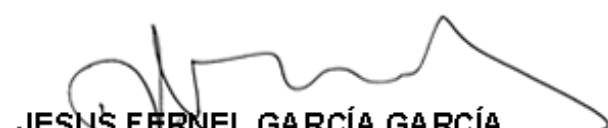
Esta oficina encuentra que dicha afirmación es cierta, por lo cual, se trasladan las anterioridades D1 y el Artículo (Structural properties of sepiolite-reinforced cement composite. T. Kavas, et al. Cement and Concrete Research. Vol. 34. No.11. Noviembre 2004, Pág. 2135–2139) que afectan por novedad y nivel inventivo la invención. Al respecto, es importante resaltar que la(s) composición(es) del fluido de perforación se caracterizan de forma muy general no caracterizando dicha(s) composición(es) claramente por sus componentes y los rangos de estos, y el método por sus etapas técnicas con sus condiciones técnicas por medio de las cuales se transforme una materia en un producto o se obtenga un resultado, es así, que dichas reivindicaciones incluyen términos generales “*surfactante*”, “*agente espesante*”, “*fluido acuoso*”, “*fluido oleaginoso*”, “*otro tipo de partícula coloidal*”, que sugieren de forma imprecisa que la protección se extiende a otras posibles variaciones o modificaciones, además, incluyen términos indefinidos y/o imprecisos como “*inferior*”, “*a lo sumo*”, “*menos*”, que no limitan el alcance de las reivindicaciones, y dado que, características como densidad y escurridura del agente espesante se consideran resultados a alcanzar puesto que dichas características dependen de la composición de fluido de perforación, estas no se pueden considerar como características técnicas esenciales, ni tampoco le puede dar novedad ni nivel inventivo a la invención, persistiendo las objeciones que al respecto fueron trasladadas en el nuevo capítulo reivindicatorio, no siendo claro el objeto que se busca proteger.

En cumplimiento del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le indica que debe dar respuesta dentro del término de sesenta (60) días contados a partir del día siguiente de la fecha de notificación de la presente comunicación. En caso de no dar respuesta al presente requerimiento, o si a pesar de la respuesta subsistieran los impedimentos para la concesión, se denegará la patente.

Se invita al solicitante se sirva indicar, si así lo considera, su renuncia al término faltante de sesenta (60) días para dar respuesta a este requerimiento y presentarla por escrito.

Finalmente, se le recuerda al solicitante que si como respuesta a este requerimiento llegara a modificar el capítulo reivindicatorio y éste contenga más de diez (10) reivindicaciones, no pagará la tasa de modificación voluntaria pero sí la correspondiente al pago por reivindicación adicional.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única No. 10 de 2001.


JESÚS FERNEL GARCÍA GARCÍA
Director de Nuevas Creaciones (E)

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista, de fecha 2014-12-09

Elaboró: Yenny Marcela Campos Borda
Revisó: Rosa Patricia Tellez Chavarro



Structural properties of sepiolite-reinforced cement composite

T. Kavas^{a,1}, E. Sabah^b, M.S. Çelik^{c,*}

^a*Afyon Technical School, Afyon Kocatepe University, 03000 Afyon, Turkey*

^b*Mining Engineering Department, Afyon Kocatepe University, 03000 Afyon, Turkey*

^c*Mining Engineering Department, Istanbul Technical University, 34469 Istanbul, Turkey*

Received 13 June 2002; accepted 18 March 2004

Abstract

The structural properties and optimum blend ratios of sepiolite-reinforced cement composites are investigated. It is shown that the addition of 10% sepiolite (a natural clay mineral) fibers enhances the mechanical and physical properties of the mortar. In comparison to the ordinary Portland cement mix, improvements of 3.5%, 6.2% and 7.7% in compressive strength and 12.7%, 5.7% and 6.3% in bending strength values were respectively obtained for 2, 7 and 28 days. Based on the scanning electron microscope pictures, this enhancement is attributed to the modification of the rheology of the mortar through sepiolite fibers inducing a network structure within the cement matrix. © 2004 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Keywords: Rheology; SEM; Compressive strength; Mineralizers; Fiber reinforcement

1. Introduction

Concrete is a hydraulic bond which contains cement, water and aggregates. When irregular fibrous materials, natural or synthetic in nature, are added into concrete, it is called fiber-reinforced concrete (FRC). In the construction industry, which has undergone a very rapid development period since the 1980s, fiber-reinforced precast concrete products have been fulfilling an important task for both designers and contractors by offering technical and aesthetic conveniences. Because of the health problems it caused, asbestos, once widely used as a provider of fibrous structure, left its place to fibrous synthetic materials. Today, steel, glass or plastic fibers in various lengths, geometrical shapes and thicknesses are used in the production of FRC [1]. However, because asbestos fibers exhibited outstanding properties, such as high elasticity modulus, resistance to high temperatures and chemicals, noncombustibility, stability at high pH as well as price advantages, [2], the search to substitute asbestos continues [3]. Table 1 illustrates typical properties of fiber and cement matrix [1].

A large number of fibers in adequate length and small diameter is required for the production of sufficient strength and elasticity. Addition of 0.4–3% fiber by volume is found to result in significant improvements in bending strength and fracture behavior of the concrete [4]. Ordinary concrete has a low level of tensile strength (<4 N/mm²) under very high compressive strengths of 25–100 N/mm². The existing stress has to be compensated by building components of adequate tensile strength. FRC delays the propagation of cracks occurring in the structure and improves the tensile strength, flexural strength and impact resistance properties of concrete. Such characteristics produce numerous but small and less hazardous cracks instead of few but large cracks during loading process. Fiber-strengthened concrete can meet even higher tensile strengths by means of fibers of greater elasticity even after the cement is removed from the aggregate. FRC does not have the same properties as ordinary concrete which shows sudden fragility characteristics under overloaded conditions. Calcination studies of sepiolite conducted at 830 °C indicate that sepiolite-mixed mortar can yield compressive strengths up to 84% compared to that of the reference ordinary Portland cement [5,6].

The primary objective of this study has been to investigate the effect of adding a natural fibrous clay mineral, as an alternative to asbestos, to a mixture of Portland cement

* Corresponding author. Tel.: +90-212-285-6345; fax: +90-212-285-6128.

E-mail address: mcelik@itu.edu.tr (M.S. Çelik).

¹ Present address: Ceramics Engineering Department, Afyon Kocatepe University 03000 Afyon, Turkey.

Table 1
Properties of fibers and cement matrix [1]

Fiber	Diameter (μm)	Specific gravity (g/cm^3)	Modulus of elasticity (kN/mm^2)	Tensile strength (kN/mm^2)	Elongation at break (%)
Asbestos	0.02–20	2.55	165	3–4.5	2–3
Glass	9–15	2.60	70–80	2–4	2–3.5
Graphite	8–9	1.90	240–415	1.5–2.6	0.5–1.0
Steel	5–500	7.84	200	0.5–2.0	0.5–3.5
Polypropylene	20–200	0.91	5–77	0.5–0.75	20
Aromatic polyamide	10	1.45	65–133	3.6	2.1–4.0
Sisal	10–50	1.50	–	0.8	3.0
Cement matrix	–	2.50	10–45	$3–7 \times 10^{-3}$	0.02

clinker and gypsum to produce a fiber-reinforced cement sample and assess its quality through physical and mechanical tests.

2. Characteristics of sepiolite

Sepiolite is a microcrystalline-hydrated magnesium silicate with $\text{Si}_{12}\text{Mg}_8\text{O}_{30}(\text{OH})_4(\text{H}_2\text{O})_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ as the unit cell formula [7]; it exhibits a microfibrillar morphology with a particle length of 2–10 μm . Structurally, it is formed by an alternation of blocks and tunnels which grow up in the fiber direction. Each structural block is composed of two tetrahedral silica sheets sandwiching a central sheet of magnesium oxide–hydroxide [8]. This unique structure imparts sepiolite a fibrous matrix with channels ($3.6 \times 10.6 \text{ \AA}$) oriented in the longitudinal direction of the fibers. The fibrous structure of sepiolite induces sorptive, colloidal/rheological and catalytic properties, which find a variety of diverse applications. The fiber length, width and thickness of layered sepiolite as bundles of fiber can range between 100 $\text{\AA}$ and 5 μm , between 100 and 300 $\text{\AA}$ and between 50 and 100 $\text{\AA}$, respectively. However, the length of fibers in sepiolite varies according to the source of sepiolite [9]. For example, the length of Ampandrandawa

and China sepiolites reaches up to a few millimeters, and sometimes even a centimeter. While the fiber dimensions of Vallecas (Spain) sepiolite are $8000 \times 250 \times 40 \text{ \AA}$ [10], the fiber length of the original brown sepiolite from Türktaciri region of Turkey is determined as 5–10 μm [11].

Sepiolite exhibits a porous structure. While an average micro pore diameter is measured as 15 $\text{\AA}$, mezzo pore radius ranges between 15 and 45 $\text{\AA}$. Its density typically varies in the range of 2–2.5 g/cm^3 , but that of more porous types may go down to as low as 1 g/cm^3 [12].

3. Experimental

The brown sepiolite sample of 90% in purity and 8% humidity from Sivrihisar–Eskişehir region was supplied by Koray Industrial Minerals. The mineralogical analysis determined by X-ray diffraction (XRD), together with optical microscopy, reveal that dolomite is the major associated impurity with traces of quartz, calcite and clay minerals. In addition to sepiolite, 5% gypsum and ordinary Portland cement clinker manufactured by Afyon Set Cement Factory were added to the mixture of FRC sample. The control sample (Sample 1) did not contain any sepiolite. Sepiolite in proportions of 3, 5, 10, 15, 20 and 30 by weight was added to the cement mixture for the production of FRC. The control sample and other mixtures (Samples 2, 3, 4, 5, 6 and 7) composed of the Portland cement clinker, gypsum and sepiolite in desired proportions were crushed to $< 2.5 \text{ mm}$ by a laboratory-type crusher and then ground to the same fineness until the residue at a 40- μm sieve was $20 \pm 1\%$. The chemical analyses of sepiolite and other mixtures performed by XRF method are presented in Table 2. The chemical, physical and mechanical tests on ground samples were performed according to TS 687 [13] and TS 24 [14].

The properties of the control sample were compared and evaluated with those of sepiolite-blended cement samples using the residues on 40-, 90- and 200- μm

Table 2
Chemical analyses of sepiolite-reinforced cement at different sepiolite additions

No.	Clinker (%)	Sepiolite (%)	Gypsum (%)	SiO_2^a (%)	Al_2O_3 (%)	Fe_2O_3 (%)	CaO (%)	MgO (%)	SO_3 (%)	K_2O (%)	Na_2O (%)	LOI (%)	Ins. Res. (%)
	100	–	–	21.24	4.80	3.15	65.27	2.50	0.83	0.87	0.25	0.30	–
	–	100		35.55	2.85	1.42	13.06	18.59	0.46	0.64	0.07	26.4	–
	–	–	100	6.89	0.80	0.24	32.05	0.99	39.65	0.07	0.02	19.00	–
1	95	0.0	5.0	21.08	4.58	3.00	63.63	2.49	2.72	0.84	0.25	1.20	0.85
2	92	3.0	5.0	21.07	4.66	2.93	62.72	2.90	2.72	0.82	0.25	1.73	0.90
3	90	5.0	5.0	21.11	4.73	2.98	61.65	3.26	2.69	0.80	0.23	2.36	3.20
4	85	10.0	5.0	21.70	4.74	2.82	59.37	3.91	2.65	0.77	0.26	3.35	4.97
5	80	15.0	5.0	22.28	4.64	2.78	57.19	4.42	2.52	0.77	0.23	4.87	4.03
6	75	20.0	5.0	22.60	4.59	2.68	54.73	5.45	2.60	0.75	0.25	6.08	5.40
7	65	30.0	5.0	23.41	4.56	2.57	50.38	6.70	2.52	0.71	0.27	8.72	6.14

^a Total SiO_2 .

Table 3
Physical tests applied to cement samples blended with sepiolite

No.	% Sieve residue			Blaine (cm ² /g)	H ₂ O (%)	Soundness (mm)
	40 μ m	90 μ m	200 μ m			
1	20.1	1.0	0.0	3508	26.4	8
2	20.6	1.2	0.0	3879	26.4	7
3	20.4	1.1	0.0	4202	26.6	5
4	19.4	1.1	0.0	4612	26.6	7
5	20.5	1.5	0.1	4996	27.0	3
6	19.7	2.0	0.1	5554	27.6	4
7	19.3	3.6	0.2	5891	27.6	4

sieves, Blaine-specific surface areas, initial and final setting times, compressive and bending strength values and water demand (W/C; water/cement ratio in the mortar tests for strength was maintained at 0.5) expansion volume.

4. Results and discussion

The effect of sepiolite as an additive in increasing proportions is summarized in Tables 2–4 using chemical, physical and mechanical test results of the samples. When Table 2 is examined, no distinct changes are observed in chemical analysis results upon addition of sepiolite except for LOI and insoluble residues at and above 15% sepiolite addition. Water demand (W/C) presented in Table 3 remains stable even at the highest sepiolite addition. The internal zeolitic channels and external silanol (Si–OH) groups by hydrogen bonding in sepiolite help retain a significant amount of water.

Soundness (expansion volume) given in Table 3 decreases with the addition of sepiolite, indicating its favorable effect. Because sepiolite is characterized by molecular sieve properties, its addition leads to a substantial increase in surface areas, as seen in Table 3. However, as apparent in Table 4, despite a progressive decrease in clinker content, the addition of sepiolite up to 10% improved the compressive and bending strengths of the mortar. This improvement cannot be ascribed to the increase in specific surface area because a further increase in sepiolite addition led to a

Table 4
Mechanical tests applied to cement samples blended with sepiolite

No.	Setting time (min)		Compressive strength (N/mm ²)			Bending strength (N/mm ²)		
	Initial	Final	2-day	7-day	28-day	2-day	7-day	28-day
1	156	240	20.0	32.5	41.7	4.7	7.0	8.2
2	132	252	19.6	33.2	42.8	4.6	7.0	8.4
3	162	246	20.1	33.3	43.4	4.8	6.9	8.5
4	108	216	20.7	34.5	44.9	5.3	7.4	8.7
5	204	348	18.9	32.6	42.7	4.6	6.7	7.8
6	204	312	15.7	29.2	40.2	3.9	6.2	7.9
7	306	432	11.2	23.2	31.5	2.8	5.2	6.6

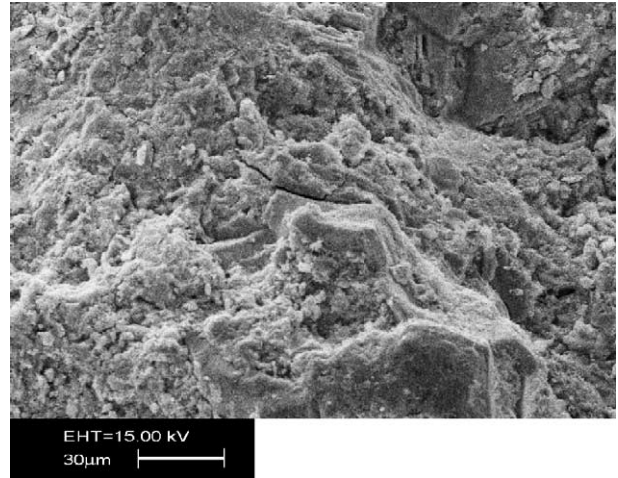


Fig. 1. SEM photomicrograph of a typical Portland cement mortar.

decrease in compressive and bending strength values despite an increase in Blaine values in Samples 5, 6 and 7. The reason for the deterioration of compressive and bending strength values above 10% sepiolite addition can be attributed to the dilution effect of clinker which forms the main matrix. Sepiolite in this study was used as an additive and the other major components, i.e., clinker, were progressively diluted. In spite of a reduction in the clinker addition, a systematic improvement in the strength values was observed because of the shape and pozzolanic activity of sepiolite. The effect of pozzolanic activity on the strength values usually does not appear before the 28-day period, as apparent in Table 4, despite controversy in the literature [15].

Evidently, the lower addition of sepiolite, i.e., Samples 2 and 3, does not improve much the compressive and bending strengths of the cement matrix. This indicates that an optimum fiber distribution is required to achieve a network

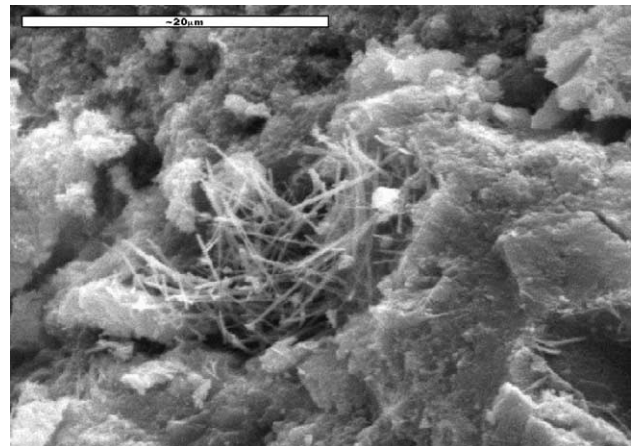


Fig. 2. SEM photomicrograph of sepiolite-reinforced cement mortar taken from a different point.

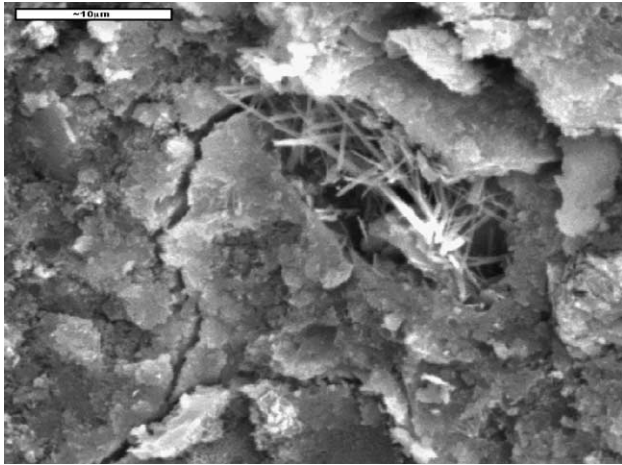


Fig. 3. SEM photomicrograph of sepiolite-reinforced cement mortar taken from a different point.

structure of fibers in the cement matrix. As seen in Fig. 2, the fibrous sepiolite particles have penetrated into the pores of cement paste (Fig. 1) and by absorbing some of the water molecules, it delayed the setting times. In addition, as the sepiolite content is increased, the proportion of C3A phase is decreased with a corresponding increase in setting times. This is evident in Table 4 for Samples 5, 6 and 7. The distribution of fibers in the pores is shown more vividly in Figs. 2–4.

The nucleation and fatigue cracking in concrete are attributed to the inherent weakness of concrete under tension. Incorporation of fibers into concrete in this way improves its mechanical behavior [16,17] and leads to a reduced shrinkage [18]. The weak surface load of sepiolite, together with the absence of swelling and the needle shape of its particles, confers a singular rheological behavior on this material. Addition of sepiolite slows down the rate of carbonation process due to its ability

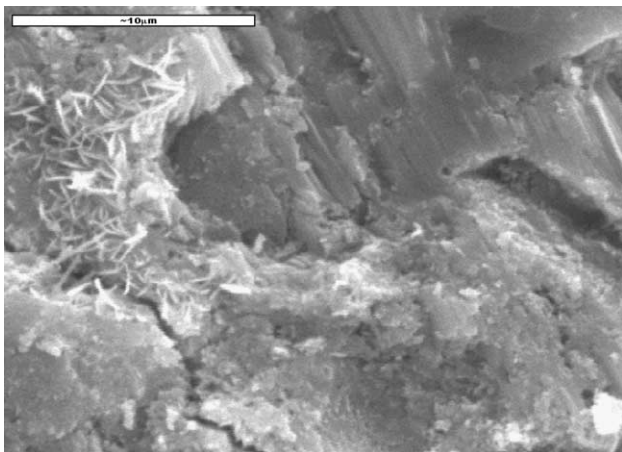


Fig. 4. SEM photomicrograph of sepiolite-reinforced cement mortar taken from a different point.

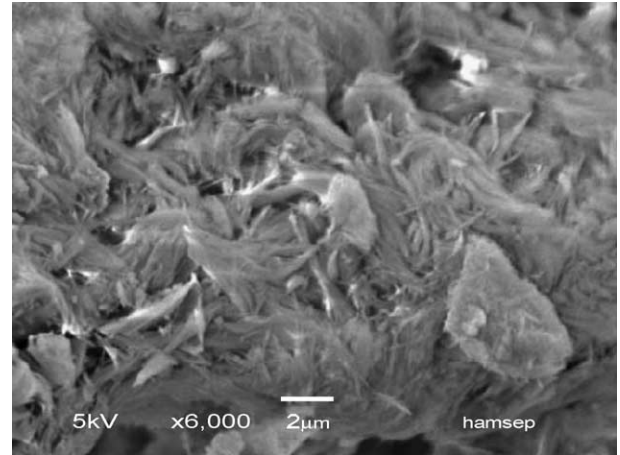


Fig. 5. SEM photomicrograph showing the fibrous structure of sepiolite samples.

to adsorb water [19]. The adsorption of Ca(OH)_2 to the chrysotile (an asbestos mineral) fibers indicated that the hydration heat reactions are intensified in the presence of asbestos $\text{Mg}_3\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ through active 1018 centers per cm^2 [2]. In this respect, sepiolite has much higher surface areas and consequently more active centers than asbestos and thus higher ability to adsorb calcium compounds in cement.

While the SEM image of sepiolite fibers is illustrated in Fig. 5, the structure of cement upon 10% sepiolite addition is given in Figs. 1 and 2. Apparently, the sepiolite fibers fill the cavities in the cement mortar leading to the favorable effects on compressive and bending strengths. These pictures provide sufficient evidence that sepiolite fibers impart a network structure and may regulate the rheological properties of the cement mortar.

5. Conclusions

Although natural pozzolanic additives are generally known to reduce particularly the early compressive and bending strengths of the cement, the addition of 10% sepiolite is found to increase both the compressive and bending strengths of the mortar strength. The results of the mechanical and physical tests along with SEM pictures indicated that sepiolite fibers distributed within the cement matrix is expected to modify the rheological properties of the cement mortar and in turn impede the expansion of cracks during the fracture. Research is in progress to identify the effect of fiber length of sepiolite and more importantly, that of sepiolite content. Natural sepiolite with its fibrous structure, high volume stability and considerable chemical and structural stability in strongly alkaline medium is expected to open new avenues in the use of fiber materials in cement.

References

- [1] S. Mindess, J.F. Young, in: N.M. Newmark, W.J. Hall (Eds.), *Concrete, Civil Engineering and Engineering Mechanics Series*, Second edition, Prentice-Hall, New Jersey, USA, 1986, pp. 628–643, Chap. 22.
- [2] T. Feric, R. Krstulovic, J. Peric, P. Krolo, Effect of chrysotile asbestos on cement hydration, *Cem. Concr. Compos.* 19 (1997) 301–305.
- [3] G.L. Guerrini, Application of high-performance fiber reinforced cement based composites, *Appl. Compos. Mater.* 7 (2000) 195–207.
- [4] H. Weigler, S. Karl, *Beton/Arten-Herstellung-Eigenschaften*, Ernst, Berlin, 1989.
- [5] C.L. He, E. Makovicky, B. Osbaeck, Thermal treatment and pozzolanic activity of sepiolite, *Appl. Clay Sci.* 10 (1996) 337–349.
- [6] C.L. He, B. Osbaeck, E. Makovicky, Pozzolanic reactions of six principal clay minerals activation, reactivity assessments and technological effects, *Cem. Concr. Res.* 25 (1995) 1691–1702.
- [7] K. Brauner, A. Preisinger, Struktur und Entstehung des Sepioliths, *Tschermak's Mineral. Petrogr. Mitt.* 6 (1956) 120–140.
- [8] E. Ruiz-Hitzky, Molecular access to intra crystalline tunnels of sepiolite, *J. Mater. Chem.* 11 (2001) 86–91.
- [9] A. Alvarez, Sepiolite: properties and uses, in: A. Singer, E. Galan (Eds.), *Developments in Sedimentology*, Elsevier, Amsterdam, 1984, pp. 253–285.
- [10] B.F. Jones, E. Galan, Hydrous phyllosilicates (exclusive of micas), in: S.W. Bailey (Ed.), *Sepiolite and Palygorskite, Reviews in Mineralogy*, Mineralogical Society of America, vol. 19, 1988, pp. 631–667, Chap. 16.
- [11] H. Arik, S. Kadir, S. Sarıtaş, Investigation of the structural transformation and refractory properties of the brown sepiolite due to the heating at various temperatures, *Turk. J. Eng. Environ. Sci.* (20) (1996) 233–244.
- [12] E. Sabah, M.S. Çelik, Sepiolite: occurrence, properties and applications. Radar Grafik ve Tasarım, Konya-Turkey, ISBN: 975-94312-0-3, (1998) 153 p.
- [13] Turkish Standard Institution, Chemical Analyses Methods of Cement, Physical Testing Methods of Cement, TS-687, TSE, Ankara, 1994.
- [14] Turkish Standard Institution, Physical Testing Methods of Cement, TS-24, TSE, Ankara, 1974.
- [15] S. Martinez-Ramirez, F. Puertas, M.T. Blanco Varela, Stability of sepiolite in neutral and alkaline media at room temperature, *Clay Miner.* 31 (1996) 225–232.
- [16] K. Tawfiq, J. Armaghani, J.R. Ruiz, Fatigue cracking of polypropylene fiber reinforced concrete, *ACI Mater. J.* 96 (1999) 226–233.
- [17] R.H. Haddad, A.M. Ashteyate, Role of synthetic fibers in delaying steel corrosion and improving bond with concrete, *Can. J. Civ. Eng.* 28 (2001) 787–793.
- [18] Y.J. Wang, Utilization of recycled carpet fibers for reinforcement of concrete and soil, *Polym.-Plast. Technol. Eng.* 38 (1999) 533–546.
- [19] S. Martinez-Ramirez, F. Puertas, M.T. Blanco Varela, Carbonation process and properties of a new lime mortar with added sepiolite, *Cem. Concr. Res.* 25 (1995) 39–50.