



No. 07-121376- -00005-0000

Fecha: 2012-05-24 14:42:00
Tra. 11 PATENTE IYII
Act. 523 RESPUESTADep. 2020 DIR.NUEVASCR
Eve: 379 FASE NACIONAL II
Folios: 43**Clarke, Modet & Cº**

COLOMBIA

P-1052

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

E. S. D.

Re: Expediente No. 07.121.376

Solicitud de patente a nombre de **OMYA DEVELOPMENT AG.**

Yo, DILIA MARIA RODRIGUEZ D'ALEMAN identificada como aparece al pie de mi firma, domiciliada en la carrera 11 A No. 86-53, piso 6, obrando como apoderada sustituta de acuerdo con la sustitución presentada el 21 de septiembre de 2010, de la sociedad **OMYA DEVELOPMENT AG.**, domiciliada en Oftringen, Suiza, solicitante de la patente de la referencia, en respuesta al oficio No. 03128 notificado por fijación en lista el 29 de febrero de 2012, nos permitimos manifestar lo siguiente:

1. Con fundamento en la facultad que confiere el artículo 34 de la Decisión 486 al solicitante para modificar la solicitud de patente en cualquier momento del trámite, presento junto con este memorial nuevo capítulo descriptiva y nuevo capítulo reivindicatorio donde se realizaron las siguientes modificaciones.

En la memoria descriptiva, se introdujeron los valores de temperatura y presión de acuerdo con las unidades del sistema internacional.

En la nueva página 6, se complementó la información relacionada con los cationes monovalentes, divalentes y trivalentes de acuerdo con la sugerencia de la señora examinadora.

Adicionalmente, se modificó el título el cual queda del siguiente tenor:

**“MATERIAS MINERALES QUE CONTIENEN
CARBONATO CON EMISIÓN DE GAS CARBÓNICO
COMBUSTIBLE FÓSIL REDUCIDA DURANTE SUS
DESCOMPOSICIONES ASÍ COMO SU PROCESO DE
SÍNTESIS”**

En este sentido, se retiró la expresión relacionada con el uso de acuerdo con la amable sugerencia de la señora examinadora.

En las reivindicaciones se cancelaron términos como “al menos”, “preferentemente”, y “muy preferentemente”, “eventualmente”.

Adicionalmente, se mejoró la redacción de la solicitud, principalmente con lo relacionado al término “batch”.

Sobre este particular nos permitimos manifestar que las anteriores modificaciones no involucran ampliación alguna de la materia originalmente presentada y se dan como respuesta a las objeciones expuestas por el señor examinador en su concepto técnico No. **03128**.

Teniendo en cuenta el concepto técnico emitido por el Señor Superintendente Delegado para la propiedad intelectual GianCarlo Marcenaro Jiménez a la doctora Ana Maria Castro Wey, que da alcance a las comunicaciones No. 09-001524 y 09-012566, no se presenta una tasa adicional, toda vez que la solicitud fue presentada con anterioridad al 1 de enero de 2009.

2. Reivindicaciones relativas al uso

En relación con la antigua reivindicación 21, amablemente nos permitimos decir que, la misma se redactó de manera tal que se encuentre en términos de la materia mineral reivindicada.

3. Claridad de la solicitud

La señora examinadora podrá constatar que la mayoría de las objeciones de claridad fueron superadas mediante las modificaciones que se llevaron a cabo en la memoria descriptiva de la solicitud.

No obstante lo anterior, es deseo del solicitante señalar que los términos “viejo” y “fresco” para referirse al carbonato, son expresiones ampliamente conocidas y debidamente explicadas en la memoria descriptiva de la solicitud, especialmente desde el primer párrafo de la página 7 hasta la página 10 de la descripción.

En cuanto a la claridad de la antigua reivindicación 8, nos permitimos decir que se especificaron las etapas y se proporcionó la explicación en cuanto a la fuente de gas carbónico. El sustento para dicha modificación se encuentra en el ejemplo 2 (ensayo 4 a 7), páginas 12 a 16 de la nueva memoria descriptiva.

En relación con la nueva reivindicación 16, la misma ahora es clara toda vez que con la modificación en la reivindicación 8 al proporcionar las etapas del proceso para la producción de la materia mineral, quedan subsanadas las objeciones en relación con esta cláusula.

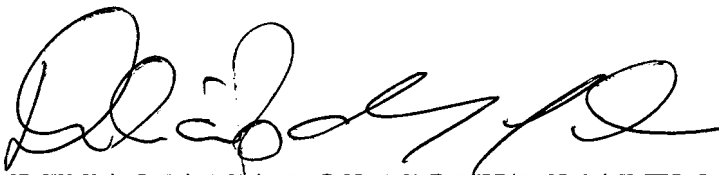
Aunado lo anterior, el solicitante respetuosamente dirige la atención de la señora examinadora a la nueva página 8 y 9 de la memoria descriptiva donde el solicitante pone de manifiesto el significado de los procesos en cascadas y en lotes.

De otra parte, respecto a la primera tabla "2" el solicitante desea informar que es válido que la señora Examinadora compare el texto con la tabla, no obstante, se debe hacer la lectura de ambos dentro de un contexto. En efecto, cuando se hace una observación general, los resultados son presentados de una manera "aproximada", por lo que los comentarios en la tabla 2 son una manera general cuando se compara con la línea 10 de la página 28 de la nueva memoria descriptiva, donde se establece que "*estos resultados demuestran que se consigue 1,5 puntos más en blancura con un peso de capa igual a 1.7 g/m²:"*" y "*se consigue 1.5 puntos más en blancura y en opacidad con un peso de capa igual a 4 g/m²"*" no siendo entonces exactamente el valor de la línea de la tabla 2. Por consiguiente la manera de presentar la información en dicha parte de la descripción corresponde a una observación cualitativa y no cuantitativa. Lo mismo sucede para los valores de 1.5 y 4 y el número objetado por la señora examinadora, ya que en la tabla el valor es de 19.8 g/m² en tanto que en el texto se indica que es 20 g/m². Además en la tabla se dice que la opacidad neta es de 4.18 en tanto que en el texto se dice que es de 4 puntos.

En consecuencia, de manera atenta solicitamos a ese despacho conceder el privilegio de patente de invención para la solicitud en estudio o si es el caso, solicitamos a ese despacho pronunciarse en relación con todos los argumentos presentados en este memorial dando estricta aplicación al principio del debido proceso consagrado en el artículo 29 de la Constitución Nacional. De igual forma, si el

examinador considera que subsisten razones para objetar la presente invención ruego expedir otro examen de fondo con los debidos motivos y razones que sustenten su objeción con el fin de que mi mandante tenga la posibilidad de exponer sus argumentos con base en la interpretación de los artículos 45 de la Decisión 486 -el cual otorga la facultad al examinador para emitir los exámenes de fondo-, 35 y 59 del Código Contencioso Administrativo que señala que: *“habiéndose dado oportunidad a los interesados para expresar sus opiniones, y con base en las pruebas e informes disponibles, se tomará la decisión que será motivada al menos en forma sumaria si afecta a particulares”* y *“(.) deberá proferirse la decisión definitiva. Esta se motivará en sus aspectos de hecho y de derecho, y en los de conveniencia si es el caso”*, respectivamente (El subrayado es nuestro).

Señor Superintendente,



DILIA MARIA RODRIGUEZ D'ALEMAN

CC. 41.654.882

TP 20824 CSJ

MATERIAS MINERALES QUE CONTIENEN CARBONATO CON EMISIÓN DE
GAS CARBÓNICO COMBUSTIBLE FÓSIL REDUCIDA DURANTE SUS
DESCOMPOSICIONES ASÍ COMO SU PROCESO DE SÍNTESIS

5

La presente invención concierne al ámbito de las materias minerales (cargas y / o pigmentos minerales) que contienen carbonato así como sus sectores de aplicación.

10 En estos sectores de aplicación, que son el ámbito farmacéutico en particular con productos tales como los fármacos, el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso el ámbito papelerero en particular con la fabricación del papel, la masa o el estucado o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel así como los ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas como en
15 particular las cargas para película de polietileno respirables o incluso el ámbito de las tintas de impresión, es habitual que se utilicen antes, durante o después de la producción de estos diversos productos, materias minerales (cargas y / o pigmentos) naturales o sintéticos que contienen carbonato.

20 Con el fin de respetar el medio ambiente y de luchar contra el efecto de invernadero y en el marco de la Convención sobre el cambio climático de nuestro planeta, se ha firmando un protocolo relativo a las emisiones de gas carbónico a la atmósfera en Kyoto el 11 de diciembre de 1997 con el fin de reducir la cantidad de estas emisiones de gas carbónico a la atmósfera.

25

Con el fin de reducir estas emisiones de gas carbónico que proceden, en un 80% aproximadamente, de la combustión del carbón, del petróleo o del gas natural y que resultan, en un 43 %, de las emisiones globales del sector industrial, la Solicitante ha descubierto, después de numerosas investigaciones, por una parte nuevas materias
30 minerales (cargas y / o pigmentos) que sólo emiten, durante su descomposición, pequeñas cantidades de gas carbónico combustible fósil y por otra parte su proceso de síntesis.

A este nivel, cabe destacar que por gas carbónico combustible fósil, la Solicitante entiende el gas carbónico procedente principalmente de la combustión de las energías fósiles tales como el carbón, el petróleo o el gas natural o de la calcinación de los
5 minerales.

Por lo que la invención concierne a una nueva materia mineral sintética que contiene carbonato cuya descomposición reduce el porcentaje de emisión de gas carbónico combustible fósil.

10

También hace referencia a la fabricación de esta nueva materia mineral en lote, en cascadas incluso denominada en continuo o en mezcla continua-lote así como sus utilizaciones en los diversos ámbitos que son el ámbito farmacéutico, el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso el ámbito papelerero en particular con la
15 fabricación del papel, la masa o el estucado o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel así como los ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas como en particular el de las películas de polietileno respirables o incluso el ámbito de las tintas de impresión.

20 El problema que se plantea por lo tanto al profesional, para respetar el protocolo de Kyoto en término de emisión de gas carbónico a la atmósfera, no ha descubierto ninguna solución satisfactoria en el arte anterior conocida a día de hoy por la Solicitante.

En efecto a día de hoy, la Solicitante conoce más de 100 patentes relativas a la síntesis de
25 carbonato de calcio sintética aún denominado carbonato de calcio precipitado, habitualmente denominado "PCC". Estas patentes describen principalmente o bien procesos de síntesis de carbonato de calcio sintético, basados en la calcinación de carbonato de calcio natural y la reutilización del gas carbónico liberado, o bien procesos basados en la reacción de la cal y del gas carbónico cuya fuente procede del carbón, del
30 petróleo o del gas natural. Además, una gran mayoría indica que la fuente del gas carbónico no influye sobre el producto final obtenido.

P-1052
Descripción y Rvs modificadas
Mayo 21, 2012

Por lo que la Solicitante puede, entre estas numerosas patentes, mencionar las patentes americanas US 6 251 356, US 6 666 953, US 6 579 410, US 6 540 870, US 6 540 878, US 6 475 459, US 6 440 209, US 6 221 146, US 6 416 727 o incluso los documentos WO 01/17905, EP 0 799 797, EP 1 222 146 o JP 08/252595 que divulgan la síntesis de

5 PCC mediante el uso de gas carbónico procedente de la combustión de energía fósil sin hablar del carbono 14 (^{14}C).

Por otra parte, un estudio realizado sobre la reducción de las emisiones de gas carbónico (Possibilities of reducing CO₂ Emissions in the Finnish Forest Industry, S.Siitonen & P.

10 Ahtila, Otaniemi 2002 published by Finnish Forest, Industries Federation, Helsinki 9/2002) conduce al profesional a contemplar el uso del gas carbónico procedente de los hornos de cal para fabricar el PCC y reducir la cantidad de gas carbónico emitido.

Así, el profesional que debe encontrar una solución para reducir la emisión de gas

15 carbónico procedente de la combustión de energía fósil no tenía a día de hoy ninguna solución satisfactoria.

Frente a este problema, la Solicitante ha descubierto de manera inesperada que las materias minerales sintéticas que contienen carbonato con un porcentaje elevado de carbono 14 (^{14}C) permiten respetar el protocolo de Kyoto gracias a la reducción de la

20 Emisión de gas carbónico combustible fósil.

Por consiguiente, el primer objetivo de la invención es una nueva materia mineral sintética que contiene carbonato con un porcentaje elevado de carbono 14 (^{14}C).

25 Otro objetivo de la invención es un proceso de fabricación de las materias minerales sintéticas que contienen carbonato con un porcentaje elevado de carbono 14 (^{14}C).

Un objetivo adicional de la invención es el uso de las materias minerales sintéticas según la invención en los ámbitos indicados anteriormente.

30

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

En toda la presente solicitud, cabe destacar que por materia mineral, la Solicitante entiende pigmento mineral y / o carga mineral.

De este modo, la materia mineral sintética que contiene carbonato con un porcentaje elevado de ^{14}C según la invención se caracteriza en que tiene un porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C de al menos 450 transformaciones por hora y por gramo, preferentemente incluido entre 700 y 890 transformaciones por hora y por gramo, y muy preferentemente entre 850 y 890 transformaciones por hora y por gramo.

10 En toda la presente solicitud y en las reivindicaciones, el porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C de la materia mineral sintética se efectúa según un método de determinación del porcentaje de transformación nuclear cuya originalidad radica en la etapa de preparación de la muestra.

15 En efecto, los métodos clásicos de análisis del porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C conocidos hasta día de hoy están basados en una etapa de preparación constituida de una descomposición térmica a temperatura elevada (aproximadamente 1000°C (1273°K)) mediante combustión o calcinación de la muestra a analizar y luego de la recolecta del gas carbónico liberado y retenido a baja temperatura
20 antes de su reducción, mediante hidrogenación catalítica, en átomos de carbono elemental cuya composición en isótopo $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ así como ^{14}C está medida por un espectrofotómetro de masa.

Sin embargo, se revela que estos métodos basados en la descomposición térmica de la muestra a analizar no permiten diferenciar las fuentes del gas carbónico, es decir no
25 permiten diferenciar el carbono procedente de las fases orgánicas y de las fases inorgánicas o minerales.

Por tanto, la Solicitante ha puesto a punto un método de determinación del porcentaje de transformación nuclear caracterizado por una etapa de preparación de la muestra mediante
30 un donante de H_3O^+ , tal como en particular el ácido clorhídrico, u otros donantes de H_3O^+

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

más fuertes como el ácido carbónico como en particular el ácido fosfórico, y que permiten dosificar solamente el carbono procedente de la fase inorgánica o mineral de la muestra a analizar.

Este proceso de determinación del porcentaje de transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C de la materia mineral sintética que contiene el carbonato según la invención se caracteriza en que incluye:

- a) una etapa de preparación de la muestra constituida por un ataque de la muestra por un donante de H_3O^+ , preferentemente el ácido clorhídrico o cualquier donante de H_3O^+ más fuerte que el ácido carbónico como el ácido fosfórico,
- b) una etapa de recolecta del gas carbónico liberada en una trampa a la temperatura del nitrógeno líquido,
- c) una etapa de reducción del gas carbónico, mediante hidrogenación sobre catalizador de hierro, en átomo de carbono elemental ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}/^{14}\text{C}$)
- d) luego el análisis por medición radiológica, en particular por espectroscopia de masa de la composición en isótopo $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ así como ^{14}C comparada a un estándar internacional de referencia que permite establecer el porcentaje de transformación nuclear por hora y por gramo.

Una variante preferencial del proceso de determinación del porcentaje de transformación nuclear, se caracteriza en que se añade, entre la etapa del ataque ácido y la de la recolecta del gas carbónico liberado, una trampa adicional que tiene una temperatura de 20°C a 30°C (293°K - 303°K) por encima de la trampa de la etapa b), con el fin de evitar cualquier contaminación por otros compuestos volátiles procedentes de la muestra.

La Solicitante subraya que los porcentajes de transformación nuclear de 450 transformaciones por hora y por gramo, preferentemente incluido entre 700 y 890 transformaciones por hora y por gramo, muy preferentemente entre 850 y 890

transformaciones por hora y por gramo, y que son la característica esencial del producto objeto de la invención, pueden sin embargo ser determinados por cualquier otro método apropiado.

- 5 La muestra a analizar según la invención está constituida de la materia mineral que contiene carbonato según la invención, y puede ser una hoja de papel que contiene la materia mineral, un carbonato de calcio tratado por compuestos orgánicos, una composición de cloruro de polivinilo (PVC), un carbonato de calcio con impurezas orgánicas o cualquier otra muestra. De manera particular, las materias minerales según la invención se caracterizan en que el
- 10 carbonato está elegido entre los carbonatos de cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes o sus mezclas.

- De manera más particular, estas materias minerales según la invención se caracterizan en que dichos cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes son elegidos entre los cationes
- 15 del primer, segundo o tercer grupo principal de la tabla periódica de Mendeleiev.

De manera muy particular, dichos cationes se eligen entre el litio, el sodio, el potasio, el magnesio, el calcio, el estroncio o sus mezclas.

- 20 La materia mineral sintética que contiene un carbonato según la invención se caracteriza de manera preferencial en que es un carbonato de calcio que tiene una estructura cristalina de tipo calcita o aragonita o vaterita o en que es una mezcla de un carbonato de calcio de estructura de tipo cálcico con un carbonato de calcio de estructura de tipo aragonita y / o un carbonato de calcio de estructura de tipo vaterita, y más preferentemente en que es una
- 25 mezcla de estructura de tipo calcita y de estructura de tipo aragonita.

- De manera particular dicho carbonato de calcio según la invención de estructura cristalina mencionada anteriormente se caracteriza en que tiene un grado de blancura superior al 80 %, preferentemente superior al 90 %, muy preferentemente superior al 93 % TAPPI determinado
- 30 según la norma TAPPI T452 ISO 2470.

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

En otra variante de la invención, la materia mineral sintética que contiene carbonato según la invención se caracteriza en que es una mezcla y / o una coestructura del carbonatos indicados anteriormente con otras materias minerales elegidas entre los sílices naturales y / o sintéticos, los silicatos tales como en particular la arcilla, el talco,

- 5 la mica, o incluso elegidas entre los hidróxidos de aluminio, los sulfatos, los blancos satenes, los fosfatos como las brushitas, octacalcio de fosfato o las hidroxiapatitas, o sus mezclas.

- El proceso de fabricación de las materias minerales según la invención se caracteriza en que
10 utiliza gas carbónico procedente de la fermentación aeróbica o anaeróbica, preferentemente anaeróbica y más en particular procedente de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol procedente de la fermentación de compuestos orgánicos.

- En la continuación de la presente solicitud, la Depositante precisa que el gas carbónico
15 procedente de la fermentación aeróbica o anaeróbica, o de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol procedente de la fermentación de compuestos orgánicos será llamado gas carbónico fresco al contrario que el gas carbónico combustible fósil procedente de la combustión de las energías fósiles tales como el carbón, el petróleo o el gas natural, o incluso del gas carbónico procedente de la calcinación del carbonato de calcio natural que
20 será denominado gas carbónico viejo.

- De manera particular el gas carbónico fresco procede de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol, en particular de etanol, de metanol, o de los alcanos como el metano, el etano, o cualquier otro alcano, procedente de la fermentación de compuestos orgánicos
25 como frutas, alcoholes de fruta o incluso residuos de los vertederos públicos o procede de la fermentación o de la descomposición térmica o de la degradación por oxidación de los residuos de los vertederos bajo presión supercrítica.

- Otra forma particular radica en que el gas carbónico fresco utilizado en el proceso según la
30 invención es una mezcla de gas carbónico fresco procedente de la fermentación de azúcares con gas carbónico fresco procedente de la combustión de compuestos orgánicos.

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

Otra variante del proceso según la invención se caracteriza en que utiliza una mezcla del gas carbónico procedente de la fermentación aeróbica o anaeróbica, preferentemente anaeróbica y más en particular procedente de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol procedente de la fermentación de compuestos orgánicos, con gas carbónico viejo. Según esta variante, el proceso según la invención está caracterizado en que la mezcla utiliza menos del 50 % en peso de gas carbónico viejo.

De manera más particular, el proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la invención se caracteriza en que el uso del gas carbónico se efectúa a una temperatura incluida entre 5°C (278°K) y 100°C (373°K), preferentemente entre 20°C (293°K) y 30°C (303°K).

Este proceso según la invención se caracteriza en que es un proceso en lote, en cascadas incluso denominado continuo o en mezcla continua-lote.

15

Por proceso por lote, la Solicitante entiende un proceso de fabricación en el cual la reacción se produce en una única cuba donde se introducen todos los reactivos.

Por proceso en cascadas incluso denominado continuo, la Solicitante entiende un proceso de fabricación en el cual el gas carbónico fresco utilizado es introducido en una cascada de n reactores instalados en serie y / o en paralelo cuyo montaje en serie está ilustrado por el dibujo n° 1.

En este dibujo n° 1, la Solicitante designa por "n" el número de reactores en cascadas en los cuales se introducen en continuo el gas carbónico y / o cualquier otro aditivo, siendo este número n incluido entre 1 y 50, preferentemente entre 1 y 10, y muy preferentemente entre 1 y 5.

Por proceso en mezcla continua-lote, la Solicitante entiende un proceso de síntesis en continuo seguido por una o varias etapas en lote, pudiendo ser esta o estas últimas etapas la introducción de gas carbónico en el almacenamiento o la introducción de diversos

aditivos o incluso una etapa de tratamiento físico (como una molienda, una centrifugación, una concentración térmica, una concentración mecánica) o una etapa de tratamiento químico como un tratamiento con silicato de sodio seguido por la introducción de un ácido tal como el ácido cítrico o el ácido fosfórico o eventualmente al menos una etapa de introducción de un dispersante.

En el dibujo n° 2 que ilustra este proceso mezcla continua-lote, la Solicitante designa por “m” el número de tratamientos físicos o químicos precitados, este o estos tratamientos que pueden ser en particular un tratamiento por concentración mecánica mediante el uso de una centrifugadora.

Este número “m” varía de 1 a 5, preferentemente de 1 a 2.

Asimismo en este dibujo n° 2, la Solicitante indica por “o” el número de etapas correspondiente a la eventual introducción de un dispersante, siendo este dispersante de cualquier tipo de dispersante conocido por el profesional cuya elección sea adaptada de manera evidente por el profesional en función de la aplicación contemplada.

Este número “o” varía de 0 a 3, preferentemente de 0 a 1.

Por último, el proceso según la invención se caracteriza en que incluye eventualmente al menos una etapa de dispersión y / o al menos una etapa de molienda en medio seco o en medio húmedo, en presencia de eventualmente al menos un agente dispersante y / o al menos un agente de ayuda a la molienda. El profesional sabrá adaptar la elección de sus eventuales agentes dispersantes y / o agentes de ayuda a la molienda en función de la aplicación final contemplada.

Por último, las materias minerales según la invención se utilizan en el ámbito farmacéutico con productos como los fármacos, el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso el ámbito papelerero tal como la fabricación del papel, la masa y / o el estucado sobre un soporte papel o plástico o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel y / o del plástico, siendo el plástico preferentemente elegido entre las

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

poliolefinas del tipo polietileno o polipropileno y sus derivados, así como los ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas o incluso el ámbito de las tintas de impresión.

- 5 El uso de las materias minerales en el estucado del papel se realiza preferentemente durante operaciones de estucado por hoja, transferencia de película, por cortina de agua o incluso por “size-press”.

El uso de las materias minerales como carga de masa del papel se realiza preferentemente por introducción de la materia mineral según la invención a diferentes sitios antes y / o

- 10 durante la formación de la hoja.

Las materias minerales según la invención utilizadas en el ámbito de las tintas de impresión se utilizan en las tintas para impresión de chorro de tinta, para impresión offset y / o rotograbado.

El alcance y el interés de la invención serán mejor entendidos gracias a los siguientes

- 15 ejemplos, que no son limitativos.

Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra diferentes procesos del arte anterior que utiliza un gas carbónico
20 viejo.

Ensayo n° 1

Este ensayo, que ilustra el arte anterior, concierne a un proceso de fabricación de
25 carbonato de calcio precipitado mediante reacción de la cal con gas carbónico viejo procedente de la combustión de energía fósil como el butano.

Para ello, después de haber producido óxido calcio CaO mediante calcinación de un
carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS) en un horno
30 de mufla durante 6 horas a 900°C (1173°K), se pone en suspensión el óxido de calcio

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

CaO en un contenedor que contiene agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

- Una vez formada esta suspensión de cal con una concentración ponderal en materia seca
- 5 igual al 10 %, se introduce a temperatura ambiente ($22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ (295°K) gas carbónico viejo, procedente de la combustión de butano mediante un quemador de camping gas, hasta que el pH caiga de un valor fuertemente alcalino del orden de 13 hasta un valor incluido entre 8,0 y 8,5.
- 10 El producto obtenido, que es un carbonato de calcio precipitado del arte anterior, es luego secado a 140°C (413°K)

Ensayo n° 2

- 15 Este ensayo, que ilustra el arte anterior, concierne a un proceso de fabricación de carbonato de calcio precipitado mediante reacción de la cal con gas carbónico viejo procedente de la calcinación de carbonato de calcio natural.

- Para ello, con el mismo material y el mismo modo operatorio que en el ensayo anterior, se
- 20 hace reaccionar gas carbónico viejo, procedente de la calcinación en un horno de mufla a 900°C (1173°K) de un carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS), con una suspensión de cal al 10 % en peso de materia seca.

- El producto obtenido, que es un carbonato de calcio precipitado del arte anterior, es luego
- 25 secado a 140°C (413°K).

Ensayo n° 3

- Este ensayo, que ilustra el arte anterior, concierne a un proceso de fabricación de
- 30 carbonato de estroncio por reacción de hidróxido de estroncio con gas carbónico viejo procedente de la calcinación de carbonato de calcio natural.

Para ello, se pone en suspensión el hidróxido de estroncio $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$, (Lote 9329A de Riedel-de Haën), en un contenedor que contiene agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de estroncio a una concentración en materia seca
5 igual al 10 % en peso.

Una vez formada esta suspensión, se introduce a temperatura ambiente ($22^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ (295°K)) gas carbónico viejo, procedente de la calcinación en un horno de mufla a 900°C (1173°K) de un carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya
10 SAS), hasta que el pH caiga hasta un valor incluido entre 8,0 y 8,5.
El producto obtenido, que es un carbonato de estroncio del arte anterior, es luego secado a 140°C (413°K).

Ejemplo n° 2

15

Este ejemplo ilustra el proceso según la invención que utiliza gas carbónico fresco.

Ensayo n° 4

20 Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación de carbonato de calcio precipitado mediante reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la combustión de etanol procedente de la fermentación de un compuesto orgánico tal como kirsch.

25 Para ello, después de haber producido del óxido calcio CaO por calcinación de un carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS) en un horno de mufla durante 6 horas a 900°C , se pone en suspensión el óxido de calcio CaO en un contenedor que contiene agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de calcio $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

30

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

Al mismo tiempo, un alcohol de kirsch comprado en un supermercado ha sido destilado del 37 % en volumen al 65 % en volumen, y posteriormente ha sido tratado con sulfato de sodio para absorber el resto del agua y obtener una concentración del 97 % en etanol.

- 5 Una vez formada esta suspensión de cal y obtenido este alcohol, se introduce en la suspensión de cal y a temperatura ambiente ($22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (295°K)) el gas carbónico fresco, procedente de la combustión del etanol precipitado mediante un quemador de metanol hasta que el pH caiga hasta un valor incluido entre 8,0 y 8,5.
- 10 El producto obtenido, que es un carbonato de calcio precipitado según la invención, es luego secado a 140°C (413°K).

Ensayo n° 5

- 15 Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación de carbonato de estroncio por reacción de hidróxido de estroncio con gas carbónico fresco procedente de la combustión de etanol procedente de la fermentación de un compuesto orgánico tal como kirsch.
- 20 Para ello, se pone en suspensión el hidróxido de estroncio $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$, (lote 9329A de Riedel-de Haën), en un contenedor que contiene agua sin gas carbónico para formar una suspensión de hidróxido de estroncio a una concentración en materia seca igual al 10 % en peso.
- Al mismo tiempo, un alcohol de kirsch comprado en un supermercado ha sido destilado del 37 % en volumen al 65 % en volumen, y posteriormente ha sido tratado con sulfato de sodio para absorber el resto del agua y obtener una concentración del 97 % en etanol.
- 25

- Una vez formada esta suspensión de hidróxido de estroncio $\text{Sr}(\text{OH})_2 \times 8 (\text{H}_2\text{O})$ y obtenido este alcohol, se introduce en la suspensión de hidróxido de estroncio y a temperatura ambiente ($22 \pm 2^{\circ}\text{C}$ (295°K)) el gas carbónico fresco, procedente de la combustión del
- 30

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

etanol precipitado mediante un quemador de metanol hasta que el pH caiga hasta un valor incluido entre 8,0 y 8,5.

El producto obtenido, que es un carbonato de estroncio según la invención, es luego
5 secado a 140°C (413°K).

Ensayo n° 6

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación por lote de
10 carbonato de calcio precipitado mediante reacción de la cal con gas carbónico fresco
procedente de la fermentación de un azúcar.

Para ello, después de haber producido óxido calcio CaO mediante calcinación de un
carbonato de calcio natural triturado (Omyapure™ de la sociedad Omya SAS) en un horno
15 de mufla durante 6 horas a 900°C (1173°K), se pone en suspensión 30 g del óxido de
calcio CaO en un vaso que contiene 200 g de agua sin gas carbónico para formar una
suspensión de hidróxido de calcio Ca(OH)₂.

Por otra parte, se introduce, en un recipiente de 5 litros, 1 kg de azúcar doméstico
20 refinado (C₁₂H₂₃O₁₁) que se disuelve en 4 litros de agua destilada a los cuales se añaden 7
g secos de levadura de pan con el fin de permitir la liberación de gas carbónico procedente
de la fermentación del azúcar.

Este gas carbónico fresco que se crea y que es formado continuamente durante 21 días por
la fermentación del azúcar es entonces introducido en la suspensión de cal durante estos
25 21 días a temperatura ambiente (22°C ± 2°C (295°K) hasta que el pH caiga hasta un valor
de aproximadamente 7 ± 0,3.

Esta introducción del gas carbónico fresco en la suspensión de cal se efectúa mediante un
recipiente de lavado con agua destilada que recolecta el eventual etanol volatilizado.

30

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

El producto obtenido, que es un carbonato de calcio precipitado según la invención, es luego secado a 140°C (413°K).

Ensayo n° 7

5

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación en continuo de carbonato de calcio precipitado por reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar.

- 10 Para ello, se introduce, en una cascada de 4 reactores llenados con agua destilada e instalados en serie, como se ilustra en el dibujo n° 1, una suspensión acuosa de cal y de gas carbónico fresco procedente de la fermentación de una mezcla de 500 g de sacarosa y 42 g de levadura de pan (*saccharomyces cerevisiae*) en 4 litros de agua.
- 15 Así, se prepara en primer lugar una suspensión acuosa de cal por puesta en suspensión de 1000 g de hidróxido de calcio en un recipiente que contiene 50 litros de agua sin gas carbónico y agitada por un agitador mecánico.

- Posteriormente, se dispone de 4 frascos cerrados de 5 litros, en cada uno de los cuales se
- 20 disuelve una mezcla de 500 gramos de azúcar doméstico refinado ($C_{12}H_{23}O_{11}$) y 42 gramos de levadura de pan en 4 litros de agua destilada con el fin de permitir la liberación de gas carbónico procedente de la fermentación del azúcar durante 5 días.

=

- Una vez efectuadas estas operaciones, se inicia simultáneamente la introducción del gas
- 25 carbónico anteriormente formado en cada uno de los frascos y el bombeo de la suspensión de cal contenida en el recipiente agitado por un agitador mecánico de manera continua a los 4 reactores equipados con una tapa y unidos entre ellos mediante un tubo.

- El caudal de introducción de la suspensión de cal corresponde a una introducción de 7,35
- 30 g en peso seco de cal por hora hasta que 45 de los 50 litros de suspensión de cal hayan pasado a los 4 reactores de carbonatación.

Así el gas carbónico fresco, que se crea y que es formado de forma continua durante 5 días por la fermentación del azúcar, es introducido en los 4 reactores agitados a 400 vueltas por minuto y a una temperatura igual a $25^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ (298°K) durante los 5 días.

5

El pH en el cuarto reactor tiene un valor incluido entre 6,7 y 7,3.

Esta introducción del gas carbónico fresco en la suspensión de cal se efectúa mediante un recipiente de lavado con agua destilada que recolecta el eventual etanol volatilizado.

10

El producto obtenido, recuperado en un depósito final es un carbonato de calcio precipitado según la invención, que es luego secado a 140°C (413°K).

Este carbonato de calcio precipitado obtenido es una pura calcita como lo muestra el espectro infrarrojo y con la distribución granulométrica siguiente, expresada en porcentaje en peso de las partículas y medida con un granulómetro de tipo Sedigraph™ 5100:

- 77 % tienen un diámetro $< 2 \mu\text{m}$,
- 44 % tienen un diámetro $< 1 \mu\text{m}$,
- 6 % tienen un diámetro $< 0,2 \mu\text{m}$.

20

Ensayo n° 8

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación en continuo de un carbonato de calcio precipitado obtenido por reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar, y posteriormente tratado en un quinto reactor por un silicato de sodio.

25

Para ello, se dispone de una cascada de 5 reactores dispuestos en serie como se ilustra en el dibujo n° 2.

30

P-1052
Descripción y Rvs modificadas
Mayo 21, 2012

En la cascada de los 4 primeros reactores, el producto obtenido con el mismo modo operatorio que el ensayo anterior, es un carbonato de calcio precipitado según la invención, que es luego tratado en el quinto reactor por silicato de sodio (Inosil 4237 de Van Berle), diluido en agua al 1 % en peso, en cantidad equivalente al 4 % en peso seco con respecto al peso seco de carbonato de calcio formado. La dosificación ha sido fijada a 0,22 g de silicato de sosa por hora, lo que corresponde a 22 ml por hora de una solución al 1 % en peso.

El pH es entonces de $10,8 \pm 0,1$ en el quinto reactor al final del ensayo.

Ensayo n° 9

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación en continuo de un carbonato de calcio precipitado obtenido por reacción de la cal con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar, y posteriormente tratado en el penúltimo reactor por un silicato de sodio y en el último reactor por introducción de ácido cítrico.

Para ello, se dispone de una cascada de 6 reactores dispuestos en serie como se ilustra en el dibujo n° 2.

En la cascada de los 4 primeros reactores, el producto obtenido con el mismo modo operatorio que el ensayo anterior, es un carbonato de calcio precipitado según la invención, que es luego tratado en el quinto reactor por silicato de sodio (Inosil 4237 de Van Berle) en cantidad equivalente al 4 % en peso seco con respecto al peso seco de carbonato de calcio formado. El pH es entonces de $10,8 \pm 0,1$.

En el sexto reactor que permite el control del pH y su ajuste, se procede a la introducción en continuo de la cantidad necesaria de ácido cítrico para obtener un pH de un valor igual a $8,5 \pm 0,3$.

Cabe destacar en este ejemplo, que la introducción en este sexto reactor habría podido, de manera equivalente, realizarse en lote.

Ensayo n° 10

5

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación por lote de un carbonato de sodio por reacción de la sosa con gas carbónico fresco procedente de la fermentación de un azúcar, y luego fabricación de un carbonato de calcio precipitado por reacción del carbonato de sosa formado según la invención con un cloruro de calcio.

10

Para ello, se disuelven en primer lugar 30 g de hidróxido de sodio para análisis vendido por Riedel-de Haën en 120 g de agua sin gas carbónico, y luego se introducen, en un recipiente de 2,5 litros, 500 g de azúcar doméstico refinado ($C_{12}H_{23}O_{11}$) que se disuelven en 2 litros de agua destilada a los cuales se añaden 21 g de levadura de pan fresca correspondiente a 7 g secos de levadura de pan con el fin de permitir la liberación de gas carbónico procedente de la fermentación del azúcar.

15

Este gas carbónico fresco que se crea y que se forma de forma continua durante 21 días por la fermentación del azúcar es entonces introducido en la solución de sosa durante estos 21 días a temperatura ambiente ($22^{\circ}C \pm 2^{\circ}C(295^{\circ}K)$) hasta que el pH llegue a un valor incluido entre 8,0 y 8,5.

20

Esta introducción del gas carbónico fresco en la solución de sosa se efectúa mediante un recipiente de lavado con agua destilada que recoge el eventual etanol volatilizado.

25

Una parte de la solución del carbonato de sosa obtenido es entonces filtrada mediante un filtro de $0,45 \mu m$ para separar los componentes insolubles y obtener un filtrado que es entonces secado a $140^{\circ}C$ ($413^{\circ}K$) para obtener el carbonato de sodio según la invención.

En una segunda etapa, se mezcla a temperatura ambiente ($22^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$ ($295^{\circ}K$)), el carbonato de sosa según la invención con una cantidad estequiométrica de cloruro de

30

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

calcio para obtener un carbonato de calcio precipitado cuyos insolubles son filtrados como anteriormente y cuyo filtrado es secado a 140°C (413°K).

Ensayo n° 11

5

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a una mezcla seca de carbonato de calcio precipitado obtenido por la mezcla de un carbonato de calcio seco según la invención (ensayo n° 4) con un carbonato de calcio seco del arte anterior (ensayo n° 2) en una relación ponderal 55/45.

10

Ensayo n° 12

Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a una mezcla seca de carbonato de calcio precipitado obtenido por el secado de una mezcla de una suspensión de carbonato de calcio según la invención (ensayo n° 4) con una suspensión de carbonato de calcio del arte anterior (ensayo n° 2) en una relación ponderal 51/49.

15

Ejemplo 3

Este ejemplo ilustra el proceso según la invención de determinación del porcentaje de transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C de una formulación medicamentosa principalmente constituida por carbonato de calcio.

20

Ensayo n° 13

Este ensayo, que ilustra el arte anterior, utiliza una formulación medicamentosa seca constituida por un polvo de carbonato de calcio natural triturado comercializado por la sociedad Omya SAS con el nombre de Omyapure™.

25

Para ello, se ponen 30 mg de la muestra a probar en una ampolla de 7 ml equipada con 2 reactores consecutivos de 14,7 ml a una presión de 250 mbar, que forman así 2 trampas consecutivas, siendo la última una trampa de nitrógeno líquido y la primera está

30

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

refrigerada a una temperatura de 20°C a 30°C (293°K-303°K) por encima del segundo con el fin de evitar cualquier contaminación por otros compuestos volátiles procedentes de la muestra.

- 5 Se vierte luego en esta ampolla, aproximadamente 0,4 ml de ácido clorhídrico que van a reaccionar con la formulación medicamentosa y liberar gas carbónico que va a ser retenido en las trampas sucesivas.

- 10 El gas carbónico así retenido, es reducido posteriormente mediante hidrogenación sobre catalizador de polvo de cobalto en átomos de carbono elemental ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ / ^{14}C).

- 15 Se determina entonces la composición en isótopo $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ del grafito así obtenido así como la del ^{14}C comparada a un estándar internacional de referencia por la técnica de espectrometría aceleradora de masa denominada técnica "AMS" para "Accelerator Mass Spectrometry" mediante un espectrofotómetro habitualmente utilizado por el profesional.

- 20 El porcentaje de transformación nuclear por hora y por gramo de la materia mineral sintética a analizar es entonces determinado por la relación entre el valor en ^{14}C medido y el valor del estándar de referencia reconocido internacionalmente y referenciado en los métodos de datación por ^{14}C .

Ensayo n° 14

- 25 Este ensayo, que ilustra la invención, utiliza, con el mismo modo operatorio y el mismo material que el ensayo anterior, una formulación medicamentosa seca constituida por un carbonato de calcio según el ensayo n° 4.

Ejemplo 4

- 30 Este ejemplo ilustra el uso de las materias minerales según la invención en el ámbito paplero así como el proceso según la invención de determinación del porcentaje de

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C de una formulación en el ámbito papelerero, y más en particular en el ámbito de la tinta “offset”.

Ensayo n° 15

5

Este ensayo ilustra el arte anterior y utiliza, en una aplicación de tinta “offset”, el carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 1.

Para ello, mediante un molino de disco vibrante de tipo HSM 100-H comercializado por la sociedad Herzog equipado con una cámara de molienda de carburo de tungsteno de un diámetro interior de 95 mm llenado con un cuerpo molidor de 60 mm de diámetro, se muele en seco 20 g del carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 1 hasta una finura cuyas características granulométricas determinadas por medición mediante un granulómetro Sedigraph™ 5100 de Micromeritics™ sean:

15

- un diámetro medio de aproximadamente 1,8 μm ,
- 91,9 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 5 μm ,
- 56,8 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 2 μm ,
- 25,9 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 1 μm ,
- 20 - 9,7 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 0,5 μm ,
- 4,0 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 0,2 μm .

Luego gracias a un mortero equipado con un “pistilo”, se añaden y dispersan estos 20 g de carbonato de calcio precipitado molido en 200 g de una tinta “offset” comercializada por la sociedad Schaffner GF AG (Suiza) con el nombre de Skinex Cyan 4X800.

25

La composición entonces realizada se utiliza para imprimir un papel tipo IKONOFIX™, 150 g/m², de M-Real™ Zanders GmbH, Bergisch-Glattbach (Alemania) mediante una máquina de impresión “offset” de laboratorio comercializada por la sociedad SeGan (Gran Bretaña) con el nombre de Ink/Superficie Interaction Tester.

30

Este test denominado test de imprimabilidad ISIT (Ink Superficie Interaction Test), que representa la fuerza de desprendimiento de tinta en función del tiempo, es una curva en tres fases: una fase ascendente con una cierta pendiente de subida, un valor máximo, luego una fase descendente con una cierta pendiente de bajada, y es basada en una instalación de impresión equipada con un dispositivo de creación y de medición de la fuerza necesaria para separar un disco de desprendimiento, de una película de tinta de impresión. Esta instalación constituida por una parte por este dispositivo de creación y de medición de fuerza y por otra parte por un disco entintador girando por encima de la hoja de papel a probar es comercializada con el nombre "Ink Superficie Interaction Tester" por la sociedad SeGan Ltd.

Para ello, se preparan en primer lugar las diferentes hojas de papel a probar aplicando las diferentes salsas de estucado a probar sobre estas hojas de papel mediante la estucadora de laboratorio Erichsen™ Modelo 624 de la sociedad Erichsen™ GmbH + Co. KG (Alemania) equipadas de hojas rodantes intercambiables.

El papel así estucado tiene un valor determinado en g/m^2 . Es fijado sobre un rodillo equipado con una cinta adhesiva de doble cara. La aplicación de una tinta offset es efectuada por la puesta en contacto del disco entintador de una anchura de 25 mm durante una rotación de 180° . La velocidad y la presión de impresión son ajustables y son del orden de 0,5 m/s y 50 kg respectivamente. El volumen de tinta es en las condiciones estándar de $0,3 \text{ cm}^3$, lo que corresponde a un espesor de aproximadamente 1 g/m^2 de tinta sobre la hoja de papel a probar.

El proceso de impresión es seguido por una secuencia de mediciones repetidas de la fuerza de desprendimiento, a intervalos de tiempo preseleccionados que dependen de este tiempo requerido para separar este disco de desprendimiento (de igual dimensión que el disco de impresión) de la película de tinta.

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

Un revestimiento de caucho nitrilo de calidad impresión offset es utilizado habitualmente para el disco de desprendimiento pero se puede utilizar cualquier material equivalente.

5 La fuerza de contacto entre el disco de desprendimiento y la tinta es medida con un sistema que genera una fuerza electromagnética. Se ajusta la amplitud y la duración de la fuerza de desprendimiento para conseguir una adhesión uniforme entre la superficie de la película y el disco de desprendimiento al cabo de 3 segundos. Una pequeña rotación de la hoja de papel durante la aplicación de la fuerza electromagnética permite asegurar un contacto íntimo y una continuidad de la película de tinta. Al parar la fuerza magnética, el
10 disco de desprendimiento se retracta de la película impresa por la fuerza de un muelle tenso, fuerza suficiente para separar el disco de la película de tinta. Una galga de esfuerzo, fijada entre el disco de desprendimiento y el muelle, genera una señal que es registrada como la fuerza de desprendimiento.

15 La secuencia es automáticamente repetida durante 13 ciclos.

En el primer y decimotercero ciclo, las densidades de impresión están medidas mediante un densitómetro Gretag D 186.

20

Una vez efectuada esta medición, se procede a la determinación del porcentaje de transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C de la muestra de papel así impreso instalando 150 mg de la muestra de papel impreso cargado al 20 % en una ampolla de 7 ml equipada con 2 reactores consecutivos de 14,7 ml a una presión de 250 mbar, que forman así 2 trampas
25 consecutivas, siendo la última una trampa de nitrógeno líquido y la primera está refrigerada a una temperatura de 20 a 30°C (293°K-303°K) por encima del segundo con el fin de evitar cualquier contaminación por otros compuestos volátiles procedentes de la muestra.

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

Se vierte luego en esta ampolla, aproximadamente 0,4 ml de ácido clorhídrico que van a reaccionar con la hoja de papel impreso y liberar gas carbónico que va a ser retenido en las trampas sucesivas.

- 5 El gas carbónico así retenido, es reducido posteriormente mediante hidrogenación sobre catalizador de polvo de cobalto, en átomo de carbono elemental ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}/^{14}\text{C}$).

Se determina entonces la composición en isótopo $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ y $^{15}\text{N}/^{14}\text{N}$ del grafito así obtenido así como la del ^{14}C comparada a un estándar internacional de referencia por la
10 técnica de espectrometría aceleradora de masa denominada técnica “AMS” para “Accelerator Mass Spectrometry” mediante un espectrofotómetro habitualmente utilizado por el profesional.

El porcentaje de transformación nuclear por hora y por gramo de la materia mineral
15 sintética a analizar es entonces determinado por la relación entre el valor en ^{14}C medido y el valor del estándar de referencia reconocido internacionalmente y referenciado en los métodos de datación por ^{14}C .

Ensayo n° 16

20

Este ensayo ilustra la invención y utiliza, en una aplicación de tinta “offset”, el carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4.

Para ello, mediante un molino de disco vibrante de tipo HSM 100-H comercializado por
25 la sociedad Herzog equipado con una cámara de molienda de carburo de tungsteno de un diámetro interior de 95 mm llenado con un cuerpo molidor de 60 mm de diámetro, se muele en seco 20 g del carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4 hasta una finura cuyas características granulométricas determinadas por medición mediante un granulómetro Sedigraph™ 5100 de Micromeritics™ sean:

30

- un diámetro medio de aproximadamente 1,7 μm ,

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

- 93,2 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 5 μm ,
- 58,5 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 2 μm ,
- 26,8 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 1 μm ,
- 10,1 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 0,5 μm ,
- 5 - 4,2 % en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 0,2 μm .

Luego gracias a un mortero equipado con un “pistilo”, se añaden y dispersan estos 20 g de carbonato de calcio precipitado molido en 200 g de una tinta “offset” comercializada por la sociedad Schaffner GF AG (Suiza) con el nombre de Skinex Cyan 4X800.

10

La composición entonces realizada se utiliza para imprimir un papel tipo IKONOFIX™, 150 g/m², de M-Real™ Zanders GmbH, Bergisch-Glattbach (Alemania) mediante una máquina de impresión “offset” de laboratorio comercializada por la sociedad SeGan™ (Gran Bretaña) con el nombre de Ink/Superficie Interaction Tester, en las mismas

15 condiciones que las del ensayo anterior.

Los resultados obtenidos aparecen en la curva 1 que representa la fuerza de desprendimiento de la tinta en función del tiempo. Esta curva se representa en el dibujo n° 3.

- 20 La curva 1 permite constatar que la impresión offset de la tinta, cargada con el carbonato de calcio según la invención del ensayo n° 16 (producto B de la curva 1) es idéntica a la impresión offset de la tinta, cargada con el carbonato de calcio según el arte anterior del ensayo n° 15 (producto A de la curva 1).

25 Ejemplo 5

- Este ejemplo ilustra el uso de las materias minerales según la invención en el ámbito de las materias plásticas polímeros, y en particular su uso para la preparación de composiciones termoplásticas cargadas tales como en particular las composiciones de
- 30 cloruro de polivinilo (PVC) cargadas.

P-1052
Descripción y Rvs modificadas
Mayo 21, 2012
Ensayo n° 17

Este ensayo ilustra el arte anterior y utiliza el carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 1.

5

La composición PVC cargada es producida mezclando la resina PVC no cargada y el carbonato de calcio a dispersar en un triturador tipo Colling™ equipado con dos rodillos de diámetro igual a 150 mm y de longitud igual a 400 mm de tal modo que se obtiene un contenido en pigmento de aproximadamente el 20 % en peso.

10

En todos los ensayos del ejemplo, la formulación de la composición de PVC cargada es la siguiente:

- | | | |
|----|---------------------------|------------|
| - | Corvic™ S 704 | 100 partes |
| - | DIDP (diisodecil ftalato) | 55 partes |
| 15 | - Bāropan E-292 | 4 partes |
| - | Carbonato a dispersar | 40 partes |

El contenido exacto en carbonato de calcio igual al 19,7 % en peso ha sido determinado por calcinación durante 2 horas a 650°C (923°K).

20

Ensayo n° 18

Este ensayo ilustra la invención y utiliza el carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4 utilizando el mismo modo operatorio y el mismo material que el ensayo anterior.

25

El contenido exacto en carbonato de calcio igual al 19,5 % en peso ha sido determinado por calcinación durante 2 horas a 650°C (923°K).

Ensayo n° 19

30

P-1052
Descripción y Rvs modificadas
Mayo 21, 2012

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una mezcla del 50 % en peso de carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4 y 50 % en peso de carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 5 utilizando como estucado un soporte en polipropileno.

- 5
- 5 g de carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 4 y 5 g de carbonato de calcio precipitado del ensayo n° 5 fueron mezclados y dispersados en 40 g de agua con 0,1 % en masa con respecto al peso seco de las cargas de un poliacrilato de sosa (de peso molecular Mw igual a 3500 Daltones, y de índice de polidispersidad igual a 2.7) como dispersante. 2 g de un látex del tipo Acronal™ S 360 D, BASF™ (50 % en masa de producto activo),
- 10
- fueron utilizados como ligante.

Diversas cantidades por m² de esta salsa de estucado fueron estucadas sobre una película de polipropileno, blanco, semitransparente, de tipo Synteape™, Fischer Papier™, St. Gallen-Rotkreuz (Suiza). La blancura y la opacidad fueron determinadas.

- 15
- La opacidad se mide según la norma DIN 53146 utilizando un espectrofotómetro Elrepho 2000 de Datacolor™ AG (Suiza).

La blancura denominada blancura Tappi R 457 es determinada según la norma TAPPI

20

T452 ISO 247.

Los resultados aparecen en el cuadro 2.

Peso de capa (g/m ²)	Opacidad bruta	Opacidad neta	Blancura TAPPI R 457 bruta	Blancura TAPPI R 457 neta
0	87,79	0	89,44	0
1,69	87,97	0,18	91,05	1,61
4,16	88,96	1,17	91,16	1,72
8,4	90,16	1,37	91,37	1,93
15,25	90,87	3,08	91,53	2,09
19,8	91,97	4,18	91,81	2,37
23,22	92,42	4,63	91,97	2,53

Cuadro 2: peso de capa y valores de las opacidades y de las blancuras TAPPI R 457 medidas respectivamente según las normas DIN 53146 y TAPPI T452 ISO 247

5

Los valores netos determinados con un peso de capa determinado corresponden a la diferencia entre el valor bruto medido para este peso de capa y el valor bruto medido con un peso de capa igual a 0 g/m².

- 10 Estos resultados demuestran que se consigue 1,5 puntos más en blancura con un peso de capa igual a 1.7 g/m².

Se consigue 1,5 puntos más en blancura y en opacidad con un peso de capa igual a 4 g/m².

15

Con un peso de capa de 20 g/m² se consiguen 4 puntos más en opacidad.

Ensayo n° 20

- 20 A partir del carbonato de calcio del ensayo n°10, se realiza una suspensión de dicho carbonato en el agua con un contenido del 10 % en peso de materia seca y eso, en presencia del 1 % en peso de poliacrilato de sosa con respecto al peso seco de carbonato de calcio como dispersante. Después de 5 minutos de agitación mecánica se ha calentado la suspensión a 65°C (338°K) bajo agitación e introducido 25 % en masa de ácido
- 25 fosfórico con respecto al peso seco de carbonato de calcio. El ácido fosfórico ha sido dosificado durante 20 min en forma de solución del 10 % activo. La temperatura durante la reacción era igual a 65°C ± 5°C (338°K). Después de la dosificación, la reacción ha continuado durante 5 horas. El pH final medido a 23°C (296°K) era igual a 7.6.

P-1052

Descripción y Rvs modificadas

Mayo 21, 2012

Las estructuras microscópicas de los productos obtenidos antes y después del tratamiento con ácido fosfórico fueron fotografiadas mediante un microscopio electrónico, y aparecen respectivamente en los dibujos n° 4 y n° 5.

El producto finalmente obtenido presenta una superficie específica BET igual a $52 \text{ m}^2 / \text{g}$.

- 5 Esta medición de superficie específica BET es determinada según el método BET de la norma ISO 9277 a saber que la medición se efectúa bajo refrigeración con nitrógeno líquido y bajo corriente de nitrógeno sobre la muestra secada hasta peso constante y termoestado a 250°C (523°K) durante una hora bajo atmósfera de nitrógeno.
- 10 Por último, se han determinado los porcentajes de transformación nuclear de ^{14}C en ^{12}C para cada una de las materias minerales de los ejemplos anteriores.

Para ello, se utiliza el mismo método y el mismo material que los utilizados en el ejemplo 3, excepto uno de los dos ensayos comparativos relativo al papel de UPM™ Schongau,

- 15 para el cual hay una sola trampa, la trampa de nitrógeno líquido.

Los resultados obtenidos para los diferentes productos fueron reunidos en el cuadro n° 2 siguiente, que también reúne los resultados de los ensayos comparativos efectuados con pigmentos bien conocidos por el profesional.

- 20 Estos ensayos comparativos utilizan el PCC Socal™ P2 comercializado por Solvay™, el PCC Tipo A comercializado por Schaefer™, el PCC Syncarb™ F0474-GO de Unikristall™ así como un papel de UPM™ Schongau.

Cuadro n° 2

Arte anterior / Invención	Ensayo n°	Porcentaje de transformación nuclear por hora y por gramo de materia mineral
Arte anterior	1	33 ± 1
Arte anterior	2	25 ± 1
Arte anterior	3	28 ± 1
Arte anterior	Comparativo: PCC Socal™ P2 Solvay™	15 ± 1
Arte anterior	Comparativo: PCC tipo A de Schaefer™	8.5 ± 1
Arte anterior	Comparativo: PCC Syncarb™ F0474-GO de Unikristall™	27.5 ± 1
Arte anterior	Comparativo papel UPM™ Schongau	$431 \pm 4 *$ $436 \pm 4 **$
Invención	4	866 ± 5
Invención	5	869 ± 5
Invención	6	879 ± 5
Invención	10: Carbonato de Na	885 ± 5
Invención	10: Carbonato de Ca	885 ± 5
Invención	11	476 ± 5
Invención	12	454 ± 5
Arte anterior	13	33 ± 1
Invención	14	866 ± 5

* con un método con una sola trampa de nitrógeno líquido

** con un método que utiliza las dos trampas

Ejemplo 6

Ensayo 21

- 5 Este ensayo, que ilustra la invención, concierne a un proceso de fabricación en continuo de un carbonato de calcio precipitado por reacción de la cal con gas carbónico fresco, dicho gas que es resultante de la decomposición de fuente de carbono orgánica bajo condición supercrítica.
- 10 Además, esta ensayo ilustra la utilización de uno o varios tratamientos químico y/o físico, en la fabricación de carbonato de calcio precipitado según la invención.

Para ello, se prepara una suspensión acuosa teniendo una concentración igual al 15% en peso seco de cal, agitada por medio de un agitador mecánico.

15

Esta suspensión se bombeó a 238 kg/h continuamente, pasando dos intercambiadores de calor en una primera parte del reactor del tubo, con un diámetro de 10 a 12 mm. y una segunda parte del reactor del tubo con un diámetro de 6 a 8 mm..

- 20 En la primera parte del reactor, se utilizó un caudal de 29.0 kg/h de oxígeno. En la segunda parte de reactor se utilizó un caudal de 11.0 kg/h de oxígeno y las 12.4 kg/h de aceite de colza, como fuente de carbono orgánico fresco.

El reactor aplicado para la prueba es comercializado por la sociedad "Supercritical Fluid

- 25 Technology Sweden AB" (Karlskoga, Suecia).

Después de la fase supercrítica y de enfriamiento, 500 ppm activo de ácido formamidinesulfínico (CASO 1758-73-2), en suspensión acuosa a del 10%, con relación al carbonato de calcio fueron introducidos en el producto a 90°C (363°K).

30

Parámetros del procedimiento:

Caudal de alimentación de suspensión $\text{Ca}(\text{OH})_2$: 238 kg/h

- Temperatura/presión en el recipiente de alimentación : 20°C (293°K)/1 bar (0.1 MPa).
- Temperatura/presión en los intercambiadores de calor : 255-367°C (528°K-640°K)/237 bares (23.7 MPa).
- 5 Temperatura/presión en la primera parte del reactor : 473-569°C (746°K-842°K)/235 bares (23.5 MPa).
- Temperatura/presión en la segunda parte del reactor : 534-567°C(807°K-840°K)/231 bares (23.1 MPa).
- Temperatura/presión en los intercambiadores de calor : 364-380°C(637°K-653°K)/229 bares (22.9 MPa).
- 10 Temperatura/presión en salida de los intercambiadores de calor 1 :271°C(544°K)/229 bares (22.9 MPa).
- Temperatura/presión en salida de los intercambiadores de calor 2 :59°C(332°K)/226 bares (22.6 MPa).
- 15 La Solicitante indica que el dispositivo dispone en realidad de 2 intercambiadores de calor, tenidos en cuenta 1 y 2.
- El producto se enfrió a continuación a 16°C (289°K) y la presión reducida a presión
- 20 atmosférica.
- Obtenido el producto, recuperado en un depósito final, es un carbonato de calcio precipitado según la invención, cuyo tipo de transformación nuclear de carbono ^{14}C en ^{12}C es superior a 850 transformaciones por hora y por gramo.
- 25 Se seca una parte de este producto a continuación a 120°C (393°K) con el fin de analizarse. El carbonato de calcio precipitado obtenido es de estructura calcita pura, después de análisis infrarrojo y XRD.
- El dibujo n°6 corresponde a una fotografía tomada por microscopio electrónico a
- 30 barrido del producto obtenido.

Se trató una segunda parte de muestra en forma de suspensión acuosa con un imán magnético permanente cubierto con Teflon.

- Después de 5 minutos de tratamiento por separación magnética, el imán estaba cubierto
- 5 con impurezas magnéticas y/o paramagnéticas negras y coloradas, visibles a la superficie.

El dibujo n°7 corresponde a una fotografía tomada por microscopio electrónico a barrido del imán después de los 5 minutos de tratamiento.

- 10 Se molió una tercera parte de la muestra en medio acuoso, a una concentración igual al 18% en peso seco de carbonato de calcio, sin dispersante, con bolas de óxido de circonio y esto, durante una hora.

- El producto obtenido se dispersó a continuación al medio en presencia de poliacrilato de
- 15 sodio, y se determinó su distribución de tamaños de granulometría a partir de un aparato del tipo SedigraphTM 5100 : 62% en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 2 μm , y un 31% en peso de las partículas tienen un diámetro inferior a 1 μm .

REIVINDICACIONES

- 1- Una Materia mineral sintética que contiene carbonato caracterizada en que tiene un
5 porcentaje de transformación nuclear en carbono de ^{14}C en ^{12}C entre 450 y 890 transformaciones por hora y por gramo.
- 2- Una Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 1,
caracterizada en que el carbonato es elegido entre los carbonatos de cationes
10 monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes o sus mezclas.
- 3- Una Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 2,
caracterizada en que dichos cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes
son elegidos entre los cationes del primer, segundo o tercer grupo principal de la
15 tabla periódica de Mendeleiev.
- 4- Una Materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 3,
caracterizada en que dichos cationes son elegidos entre el litio, el sodio, el potasio,
el magnesio, el calcio, el estroncio o sus mezclas.
20
- 5- Una Materia mineral sintética que contiene carbonato según cualquier reivindicación
de 1 a 4, caracterizada en que el carbonato es un carbonato de calcio que tiene una
estructura cristalina de tipo calcita o aragonita o vaterita o en que el carbonato es una
mezcla de un carbonato de calcio de estructura de tipo cálcico con un carbonato de
25 calcio de estructura de tipo aragonita y / o un carbonato de calcio de estructura de
tipo vaterita, y en que ésta es una mezcla de carbonato de calcio de estructura de tipo
calcita y de estructura de tipo aragonita.
- 6- Una Materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las
30 reivindicaciones de 1 a 5, caracterizada en que el carbonato tiene un grado de
blancura superior al 80 % TAPPI determinado según la norma TAPPI T452 ISO
2470.

- 7- Una Materia mineral sintética que contiene carbonato según cualquier reivindicación de 1 a 6, caracterizada en que es una mezcla y / o una coestructura con otras materias minerales elegidas entre los sílices naturales y / o sintéticos, los silicatos tales como la arcilla, el talco, la mica, o incluso elegidas entre los hidróxidos de aluminio, los sulfatos, los blancos satenes, los fosfatos como las brushitas, los octacalcio fosfatos o las hidroxiapatitas, o sus mezclas.
- 8- Un Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato de acuerdo con la reivindicación 1 caracterizado en que dicho proceso comprende las siguientes etapas:
- a) Formar gas carbónico por fermentación aeróbica o anaeróbica;
 - b) Poner en contacto dicho gas carbónico con una suspensión de solución que comprende cationes monovalentes y / o bivalentes y / o trivalentes para formar dicha materia mineral sintética que contiene carbonato.
- 9- Un Proceso de fabricación de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado porque durante la etapa b), una mezcla de dicho gas carbónico de la etapa a) con gas carbónico de la otra fuente tal como gas carbónico viejo, en donde el gas carbónico viejo es de una descomposición térmica de carbonato de calcio, se pone en contacto con dicha suspensión o solución que comprende cationes monovalentes y / o bivalentes y/o trivalentes para formar dicha materia mineral que contiene carbonato, en donde el gas carbónico viejo es gas carbónico que resulta de la combustión de las energías fósiles tales como el carbón, el petróleo o el gas natural o gas carbónico que resulta de la calcinación de carbonato de calcio natural.
- 10- Un Proceso de fabricación de materia mineral sintética según la reivindicación 9, caracterizado en que la mezcla emplea menos del 50% en peso del gas carbónico viejo, en donde el gas carbónico viejo es gas carbónico que resulta de la combustión de las energías fósiles tales como el carbón, el petróleo o el gas natural o gas carbónico que resulta de la calcinación de carbonato de calcio natural.

- 11- Un proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado porque el gas carbónico que resulta de la fermentación aeróbica o anaeróbica o de la fermentación de azúcares o de la combustión de alcohol que resulta de la fermentación de compuestos orgánicos (gas carbónico fresco) es derivado de la formación de azúcares o a partir de la combustión de alcohol, particularmente etanol, metanol o de alcanos tal como metano, etano o cualquier otro alcano, originado de la fermentación de compuestos orgánicos tal como frutas, alcoholes de frutas o residuos de los vertederos públicos.
- 12- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones 8 a 10, caracterizado en que el gas carbónico fresco es una mezcla de gas carbónico fresco procedente de la fermentación de azúcares con gas carbónico fresco procedente de la combustión de compuestos orgánicos, o en que procede de la fermentación de los residuos de los vertederos bajo presión supercrítica.
- 13- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato, caracterizado en que se emplea el gas carbónico fresco y en donde el gas carbónico fresco es procedente de la descomposición térmica o de la degradación por oxidación de los residuos de los vertederos bajo presión supercrítica.
- 14- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones 8 a 13, caracterizado en que el gas carbónico se encuentra a una temperatura incluida entre 5°C y 100°C (278°K-393°K).
- 15- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una cualquier reivindicación de 8 a 14, caracterizado en que es un proceso en lote, en cascadas denominado continuo o en mezcla continuo-lote.
- 16- Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 15, caracterizado en que es un proceso en continuo, con una o varias etapas de tratamiento químico como un tratamiento con silicato de sodio o un

tratamiento con silicato de sodio seguido por la introducción de un ácido, como el ácido cítrico o el ácido fosfórico u otros donantes de H_3O^+ , en donde los tratamientos químicos son aplicados de manera continua después del tratamiento de ácido carbónico.

5

17-Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 15, caracterizado en que el proceso en lote es un proceso en el cual la reacción se produce en una sola cuba donde se introducen todos los reactivos.

10 18-Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 15, caracterizado en que el proceso en continuo es un proceso en el cual el gas carbónico fresco utilizado o la mezcla de gas carbónico fresco con el gas carbónico viejo utilizado es introducido en una cascada de n reactores instalados en serie y / o en paralelo, donde n designa un número entre 1 y 50.

15

19-Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según la reivindicación 15, caracterizado en que el proceso en mezcla continua-lote es un proceso de síntesis en continuo seguido por un número m de etapas en lote, siendo dichas etapas la introducción de gas carbónico en el almacenamiento o una etapa de
20 tratamiento físico o una etapa de tratamiento químico tal como un tratamiento con silicato de sodio seguido por la introducción de un ácido tal como el ácido cítrico o el ácido fosfórico, u o etapas correspondiente a la introducción de un dispersante, designando m un número incluido entre 1 y 5, y designando o un número incluido entre 0 y 3.

25

20-Proceso de fabricación de materia mineral sintética que contiene carbonato según una de las reivindicaciones 8 a 19, caracterizado en que dicho proceso incluye eventualmente al menos una etapa de dispersión y / o al menos una etapa de molienda.

30

21-Una materia mineral que contiene carbonato como se reclama en las reivindicaciones 1 a 7 en el ámbito farmacéutico con productos como los fármacos,

- en el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso en el ámbito papelerero tal como la fabricación del papel, la masa y / o el estucado sobre un soporte papel o plástico o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel y / o del plástico, siendo el plástico preferentemente elegido entre las poliolefinas del tipo polietileno o polipropileno y sus derivados, así como en los ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas o incluso el ámbito de las tintas de impresión.
- 5

RESUMEN

La invención de una nueva materia mineral sintética que contiene carbonato cuya descomposición reduce el porcentaje de emisión de gas carbónico combustible fósil.

5

También concierne a su fabricación en lote, en lote-continuo o en continuo así como sus utilizaciones en el ámbito farmacéutico, el ámbito de la alimentación humana o animal, o incluso el ámbito papelerero con en particular la fabricación del papel, la masa o el estucado o incluso cualquier otro tratamiento de superficie del papel así como los
10 ámbitos de las pinturas acuosas o no acuosas así como el ámbito de las materias plásticas como el de las películas de polietileno respirables o incluso el ámbito de las tintas de impresión.