



Industria y

SUPERINTENDENCIA

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-301612-00000-0000

Fecha: 2013-12-27 16:37:52

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR

Tra. 11 PATENTEIYII

Eve: 378 FASENACIONALI

Act. 411 PRESENTACION

Folios: 2

SOLICITUD
PATENTE DE INVENCION

21. EXPEDIENTE No. _____

54. TÍTULO **"PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CALCIO
HIDROFOBIZADAS"**

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL **D21C 9/08**

71. SOLICITANTE **OMYA INTERNATIONAL AG**

DOMICILIO **OFTRINGEN, SUIZA.**

74. REPRESENTANTE LEGAL **ALICIA LLOREDA RICAURTE**
T.P. 53.215

22. BOGOTÁ, D.C. **27 DIC 2014**

(FORMA P 10)



No. 13-301612- -00000-0000

Fecha: 2013-12-27 16:37:52 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 2

Para el adhesivo de radicación

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SOLICITUD FASE NACIONAL-PCT

1	(12) TIPO DE SOLICITUD	☒ Patente de invención ☒ Capítulo I	☐ Patente de Modelo de Utilidad ☐ Capítulo II
2	DATOS SOLICITUD INTERNACIONAL PCT (86)		
Solicitud Internacional No.		PCT/EP2012/063461	Fecha 10/07/12
Publicación Internacional No.		WO 2013/007717 A1	Fecha 17/01/13
3	(54) TÍTULO DE LA INVENCION:		
"PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CALCIO HIDROFOBIZADAS"			
4	CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL (51) CIP		
D21C 9/08			
5	(71) SOLICITANTE (S) ☐ Esta persona también es inventor. Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria		
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE	IDENTIFICACIÓN TIPO
OMYA INTERNATIONAL AG			
6	DATOS DEL SOLICITANTE		
DIRECCIÓN		Baslerstrasse 42, CH-4665 Oftringen, Suiza	No. TELÉFONO 3264270
CIUDAD		Oftringen	E-MAIL notificacionespatentes@lloredacamacho.com
DEPARTAMENTO/ESTADO			NACIONALIDAD O LUGAR DE CONSTITUCIÓN Suiza
PAÍS DE RESIDENCIA		Suiza	
7	(72) INVENTOR (ES) Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria		
APELLIDOS		NOMBRES	NACIONALIDAD
1. GANTENBEIN		Daniel	Suiza
2. SCHOELKOPF		Joachim	Alemania
3. GANE		Patrick A. C.	Reino Unido
DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO: notificacionespatentes@lloredacamacho.com			
8	DATOS INVENTOR (ES)		
PAÍS RESIDENCIA	DEPARTAMENTO/ESTADO	CIUDAD	DIRECCIÓN
Suiza		Basel	1. Vogesenstrasse 27, CH-4056 Basel, Suiza.
		Killwangen	2. Buechbühlstrasse 3, CH-8956 Killwangen, Suiza
		Rothrist	3. Studeñweg 8, CH-4852 Rothrist, Suiza.
OTRO(S) SOLICITANTE(S) Y/O (OTRO(S)) INVENTOR(ES)			
☐ Los demás solicitantes y/o (demás) inventores se indican en una hoja a continuación.			
9	(74) ☒ REPRESENTANTE ☒ APODERADO		
APELLIDOS		NOMBRES	IDENTIFICACIÓN
LLOREDICAURTE		ALICIA	C.C 39.690.713 T.P .53.215
DIRECCIÓN		Calle 72 No 5-83 Piso 5to	No. TELÉFONO 3264270
CIUDAD		Bogotá	E-MAIL notificacionespatentes@lloredacamacho.com
PAÍS		Colombia	No. DE PROTOCOLO EN LA OFICINA

10	(30) DECLARACIONES DE PRIORIDAD ☒ SI ☐ NO			
(33) PAÍS DE ORIGEN		CÓDIGO PAÍS	(31) NÚMERO	(32) FECHA (AAAA/MM/DD)
1. Oficina Europea de Patentes		EP	11173471.1	11/07/11
2. Estados Unidos de América		US	61/508,730	11/07/18
11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS			
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.				
☐ SI ☒ NO				
Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, expedido por la Autoridad competente.				
12	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES			
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.				
☐ SI ☒ NO				
Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado, o número de registro expedido por la Autoridad competente.				
13	REDUCCIÓN DE TASAS			
Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.				
☐ SI ☒ NO				
Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.				
Micro, pequeñas y medianas empresas		Universidades públicas o privadas	Entidades sin ánimo de lucro	
☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea.		☐ Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación. Acreditación Colciencias.	☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio.	
☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004.			☐ Hoja de información complementaria.	
			☐ Otros, especificar	
14	AUTORIZACIÓN DE NOTIFICACIÓN EN LÍNEA ☒ SI ☐ NO			
Manifiesto que he leído y entendido perfectamente los términos y condiciones de uso de medios electrónicos para las notificaciones en línea a través de Internet de los actos administrativos proferidos por la Superintendencia de Industria y Comercio que deben ser notificados personalmente y, en consecuencia, autorizo el servicio de notificación a través de internet.				
14	COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO	N° 13-130080	Fecha 16-12-2013	
15	FIRMA DEL SOLICITANTE, DEL APODERADO O DEL REPRESENTANTE LEGAL			
Junto a cada firma, indicar el nombre del firmante y su calidad (si tal calidad no es obvia al leer el petitorio)				
 ALICIA LLOREDA RICAURTE Representante C.C. 39.690.713 T.P. 53.215 Apoderado				
16	ORDEN Y RELACIÓN DE DOCUMENTOS QUE ACOMPAÑAN LA SOLICITUD			
Documentación Técnica		Documentación Jurídica		
Solicitud Internacional en castellano				
1. ☒ Descripción N° de folios: 45		9. ☒ Poderes, si fuera el caso.		
2. ☒ Reivindicaciones N° Reivindicaciones: 28		10. ☒ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante.		
3. ☒ Dibujos y/o figuras N° folios: 5		11. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, certificado o número de registro, si fuera el caso.		
4. ☒ Resumen.		12. ☐ Copia de la licencia o autorización de Conocimientos Tradicionales, certificado o número de registro, si fuera el caso.		
5. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso.		13. ☒ Documento que acredita la existencia y representación legal, cuando el solicitante es persona jurídica.		
6. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso.		14. ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.		
7. ☐ Arte final 12 x 12.		15. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.		
8. ☒ Anexo formato digital.		16. ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.		
		17. ☐ Comprobante de pago por reivindicación adicional a 10.		

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

-/-

**Industria y Comercio**
SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 13 - 130080

Bogotá D.C., Diciembre 16 de 2013 - 17:00:19

RECIBIDO DE : LLOREDA & CIA. S.A.

NI 830.022.145

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	433567396	16/12/2013	18.635.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT. RENTISTICO	CONCEPTO	Vr. UNDITARIO	Vr. CONCEPTO
1 50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	500.000.00	500.000.00
			\$500.000.00

=====

SON: **QUINIENTOS MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____

-**-

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

**No. 13-301612- -00000-0000**

Fecha: 2013-12-27 16:37:52 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 2

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax

, Diciembre 16 de 2013 - 17:00:31

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		PLANILLA DE RADICACIÓN - DIGITALIZACIÓN DIARIA RELACIÓN DE ANEXOS	
Dependencia: 2019		Fecha: <u>13</u> / <u>12</u> / <u>27</u> AAAA MM DD	
		Recorrido: 3	
Tipo de Radicación: Entrada: ☐ Salida: ☐ Traslado: ☐ Convenio: ☐			
Radicador:		Planilla:	

ID	No. Radicación	Consecutivo	Item
1	13-301612	0	2
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
11			
12			
13			
14			
15			
16			
17			

Item	Unidad de Conservación
1	Bolsa
2	Caja
3	Libro
4	Sobre
5	Tomo
6	Otro
Item	Soporte Documental
7	CD
8	Disquete
9	DVD
10	Folleto
11	Foto
12	Periódico
13	Plano
14	Publicación Periódica
15	USB
16	Otro

Observaciones: El CD Anexo contiene un total de 10 Archivos 10 en formato pdf, las cuales fueron procesadas Zetisella



No. 13-301612- -00000-0000

Fecha: 2013-12-27 16:37:52 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 2



LISTA DE CHEQUEO
ADMISIÓN A TRÁMITE - NUEVAS CREACIONES

PATENTE DE INVENCION ☐

MODELO DE UTILIDAD ☐

Art 33 Decisión 486/00

- ☐ Indicación que se solicita una patente.
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Descripción de la invención
- ☐ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
- Completa ☐ Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☒

MODELO DE UTILIDAD PCT ☐

Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

- ☒ Indicación que se solicita una PCT
- ☒ Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
- ☒ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☒ Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
- Completa ☒ Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita Diseño industrial
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita un esquema de trazado
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica de un esquema de trazado
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐

PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CALCIO HIDROFOBIZADAS

RESUMEN-OBJETO Y FINALIDAD DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso para la reducción de pez en un medio
5 acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel, donde el
proceso comprende las siguientes etapas: a) la provisión de un medio acuoso que
comprende pez generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel; b)
la provisión de un carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado; c) la
provisión de un agente hidrofobizante seleccionado de un ácido carboxílico alifático que
10 tiene entre 5 y 24 átomos de carbono; d) el contacto del carbonato de calcio molido y/o el
carbonato de calcio precipitado de la etapa b) con el agente hidrofobizante de la etapa c),
para la obtención de un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de
calcio precipitado hidrofobizado; y e) el contacto del medio acuoso provisto en la etapa a)
con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado
15 hidrofobizado obtenidos en la etapa d); al uso de un carbonato de calcio molido
hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado para la reducción de la
cantidad de pez en un medio acuoso; al igual que a un carbonato de calcio molido
hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado; y un compuesto de
carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado
20 y pez.

SECTOR: Industria Química, proceso para la reducción de pez en un medio acuoso
generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel, empleando
25 carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado
hidrofobizado.

PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CALCIO HIDROFOBIZADAS

La presente invención se refiere a un proceso para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel; al uso de un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, para la reducción de la cantidad de pez en un medio acuoso; al igual que a un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado y un compuesto que comprende el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado y pez.

En las industrias de fabricación de papel, las fibras de diversas fuentes y calidades se obtienen mediante el procesamiento y la refinación, por ejemplo, por medio de combinaciones de molienda, tratamiento térmico y químico, de madera para la obtención de fibras. Durante este proceso de formación de pulpa, la resina natural contenida dentro de la madera es liberada en el circuito de agua de la producción en forma de gotas microscópicas. Esta resina de madera, a menudo, se denomina “pez”, y puede depositarse sobre la superficie del equipamiento de fabricación de papel, hecho que puede producir limpiezas muy prolongadas del equipamiento, y provoca costosos tiempos de fuera de servicio de las máquinas. Aun más, dichos depósitos aparecen ocasionalmente como puntos visibles en el producto de papel final, que varían de un color amarillo a negro; o pueden conducir a una rotura del rollo de papel, de modo de acarrear una pérdida de rendimiento y una reducción en la calidad del papel.

La formación de pez puede describirse conceptualmente como el desarrollo mediante tres mecanismos principales. La primera vía de mecanismo es la formación de una película orgánica de material, que puede ser transparente o translúcida. Su espesor varía de acuerdo con su concentración, y la película necesita un núcleo para formar una coalescencia inicial. Este tipo de pez, como lo sigue su mecanismo de formación, se denomina “de tipo película”. El segundo tipo de pez es aquel que es capaz de coagularse y formar glóbulos de 0,1 - 1,0 μm de diámetro, y en consecuencia, se denomina pez globular. La tercera forma comúnmente desarrollada de pez es un tipo de bola de pez o aglomerada, y se observa con frecuencia en sistemas que tienen los mayores problemas con el depósito de pez. Las bolas formadas son de 1 - 120 μm de diámetro. En el estado de tipo película o globular, el pez generalmente no causa problemas, si bien una vez que se han formado los aglomerados, entonces comienza a producirse el depósito de pez.

Dicho depósito de pez además puede ser un problema en procesos de fibra reciclada o secundaria, donde los contaminantes, tales como adhesivos, tintas, fundiciones calientes, látex y ceras, se aglomeran y forman depósitos sobre el equipamiento de fabricación de papel.

- 5 En la técnica, se han hecho varios intentos para controlar el depósito de pez en procesos de fabricación de papel. En este sentido, una estrategia involucra la introducción de materiales adsorbentes en forma de diversos minerales, como talco, bentonita o sílice de diatomeas, en el proceso de fabricación de papel, que absorberán el pez en forma de pequeñas gotas.
- 10 Por ejemplo, el documento JP 2004292998 A se refiere a talco utilizado como el adsorbente de pez. El documento WO 03/085199 A2 se refiere a un sistema de control de depósito que consiste en un coagulante inorgánico u orgánico y un material de micropartículas como arcilla bentonita, polímero entrecruzado, sílice coloidal, polisilicato para pulpa que contiene pez blanco /adhesiones. La solicitud US 2003/0096143 A1
- 15 describe un método de tratamiento de partículas de talco que mejora la capacidad de humectación del talco o la afinidad del talco a las fibras celulósicas. El documento JP 6065892 A se refiere a un adsorbente de pez compuesto por mineral de arcilla esmectita modificada con magnesio, producido mediante la modificación de la capa superficial de un mineral de arcilla esmectita con magnesio. El documento FR 2 900 410 y el documento FR
- 20 2 900 411 se refieren al tratamiento de minerales y/o talco con polímeros anfóteros para la utilización en el control de pez. El documento CA 2.205.277 se refiere a un método para la minimización de depósitos de partículas de pez, tinta, y adhesiones, en el proceso de fabricación de papel, mediante la retención de dichas partículas sobre la fibra, que comprende las etapas de la adición de una cantidad eficaz en el control de pez, tinta y
- 25 adhesiones, de talco, a una suspensión de fibra en contacto con la máquina de papel y partes asociadas, y la adición de una cantidad eficaz en el control de pez, tinta y adhesiones, de bentonita, a la suspensión.

Esta estrategia posee la ventaja de que el pez es eliminado con el producto final y, en consecuencia, no puede concentrarse adicionalmente en el circuito de agua de la máquina

- 30 de papel. En particular, el talco es ampliamente aceptado como un agente de control muy eficaz para depósitos de pez. La acción del talco en el control de pez, sin embargo, no está exactamente establecida. Se asume que el talco reduce la pegajosidad de materiales

de tipo pez o adherencias, de modo que estos tienen menores tendencias a formar aglomerados o depósitos sobre el equipamiento de fabricación de papel, o a crear puntos en el producto de papel final. Además, la función del talco es reducir la adherencia de materiales que ya se han depositado, de manera que la acumulación adicional de

5 materiales adherentes sobre dichas superficies es disminuida. Es importante agregar suficiente talco de modo de reducir la adherencia total de las superficies en el sistema.

Sin embargo, un problema del talco es que si no se usa suficiente cantidad, este tiende a ser meramente incorporado en depósitos y aglomerados de materiales adherentes. Además, se sabe que el talco pierde una parte de su afinidad para sustancias coloidales

10 en procesos de fabricación de papel neutros y alcalinos.

Otra estrategia involucra la estabilización coloidal del pez, mediante el uso de dispersantes o surfactantes. La aplicación de esta estrategia conduce a una concentración de las gotas de pez en el circuito de agua de la máquina de papel. Por ejemplo, el documento EP 0 740 014 se refiere a un agente de control de pez que puede comprender una arcilla kandita

15 (grupo de serpentinas), cuyas partículas están revestidas con un homo- o copolímero que comprende melamina formaldehído. La solicitud US 5.626.720 A describe un método para el control de pez en un sistema acuoso utilizado en la fabricación de pulpa o papel, que comprende la adición, al sistema, o a la maquinaria de fabricación de papel o de fabricación de pulpa, de un polímero soluble en agua derivado de (a): una epihalohidrina,

20 un diepóxido o un precursor de una epihalohidrina o un diepóxido; (b) una alquil amina que tiene una funcionalidad con respecto a una epihalohidrina de 2; y (c) una amina que tiene una funcionalidad con respecto a una epihalohidrina superior a 2, y que no posee ningún grupo carbonilo. El documento JP 11043895 A se refiere a supresor de pez mediante el uso de un compuesto catiónico que se prepara mediante la reacción de una

25 alquilendiamina con una epihalohidrina. El documento WO 98/05819 A1 se refiere a una composición líquida para el control del depósito de pez en la fabricación de pulpa y papel, que comprende una solución acuosa de (1) un polímero de guar catiónico, y (2) copolímero de isobutileno/anhídrido maleico. El documento EP 0 586 755 A1 describe un proceso para el control del depósito de pez en un proceso de fabricación de pulpa o papel,

30 donde se incorporan, en la composición que comprende fibras para la fabricación de papel, hasta 1,0% en peso, sobre la base del peso de las fibras secas en la composición, de un polielectrólito catiónico que es un poli(dialil di(hidrógeno o alquilo inferior) sal de

amonio), que tiene un peso molecular promedio en número superior a 500.000. La solicitud US 2011/0094695 A1 describe un método para el control del depósito de contaminantes orgánicos de los sistemas de fabricación de papel y pulpa utilizando copolímeros de éter de aminoplastos solubles en agua. El documento EP 1 950 342 A1 se refiere a emulsiones acuosas que comprenden dialquilamidas y surfactantes no iónicos. La solicitud US 2004/0231816 A1 describe un método para el control de pez y adhesiones, que comprende las etapas de adición de hidroxietilcelulosa hidrófobamente modificada (HMHEC) y polímeros catiónicos a una suspensión de fibra celulósica (pulpa) o a un proceso de papel, o a un sistema de fabricación de papel, y que logra un mayor grado de inhibición de depósito orgánico y retención de pez sobre la fibra de papel, en comparación con la inhibición de los ingredientes individuales. La solicitud US 6.153.049 se refiere a compuestos de etilenamina o sus mezclas, que se usan en cantidades eficaces para reducir o inhibir el depósito de pez blanco sobre el equipamiento de fabricación de papel, durante el procesamiento para el reciclado de papel revestido. La solicitud US 6.051.160 A se refiere a una composición líquida para el control del depósito de pez en la fabricación de pulpa y papel, que comprende una solución acuosa de (1) un guar catiónico derivado; y (2) copolímero de estireno anhídrido maleico.

El documento JP 2002212897 A se refiere a un inhibidor del problema del pez para la fabricación de papel, que comprende una sal de polidialildimetilamonio que tiene un peso molecular de 20.000-200.000 y un compuesto de aluminio inorgánico, como ingredientes activos.

Sin embargo, esta estrategia con frecuencia causa problemas, debido a que los cambios en la temperatura, el pH o las concentraciones de electrólitos pueden producir la aglomeración con el consecuente depósito de gotas de pez sobre la superficie del equipamiento de la máquina, y/o la aparición de puntos en el producto de papel final.

Por lo tanto, existe una continua necesidad de buscar materiales alternativos, que proporcionen un mejor desempeño que los materiales adsorbentes existentes, y reduzcan de manera eficaz el pez en medios acuosos generados en procesos de formación de pulpa o fabricación de papel.

Estos y otros objetivos son resueltos por el objeto del asunto de la presente invención. De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se provee un proceso para la

reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel, donde el proceso comprende las siguientes etapas:

a) la provisión de un medio acuoso que comprende pez generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel;

5 b) la provisión de un carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado;

c) la provisión de un agente hidrofobizante seleccionado de un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono;

d) el contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) con el agente hidrofobizante de la etapa c), para la obtención de un carbonato de

10 calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado; y

e) el contacto del medio acuoso provisto en la etapa a) con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d).

Los inventores hallaron, de manera sorprendente, que el proceso mencionado anteriormente de acuerdo con la presente invención conduce a un medio acuoso que

15 contiene una cantidad de pez menor que la cantidad de pez contenida en un correspondiente medio acuoso obtenido por el mismo proceso, aunque sin su contacto con

un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado (etapa e)). Más precisamente, los inventores hallaron que la cantidad de pez

en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de

20 papel puede ser reducido mediante el contacto del medio acuoso con un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado definido.

Debe entenderse que, para los propósitos de la presente invención, los siguientes términos tienen los siguientes significados.

El término “pez”, con el significado de la presente invención, se refiere a los materiales

25 adherentes que forman depósitos insolubles en procesos de fabricación de papel y pulpa.

Estos materiales adherentes pueden originarse a partir de la madera de la cual se hace el papel. Los componentes del pez consisten en sustancias disueltas y coloidales (DCS), y

se caracterizan por cuatro clases de componentes lipófilos, como: i) grasas y ácidos grasos; ii) ésteres y esteroides de esterilo; iii) terpenoides; y iv) ceras compuestas por

30 alcoholes grasos y ésteres. La composición química del pez depende de la fuente de fibra, tal como la variedad de árbol, y del crecimiento estacional del cual se produce la muestra.

Estos componentes de pez lipófilos pueden ser estabilizados por la presencia de

lignosulfonatos y polisacáridos. Si se utiliza papel reciclado en procesos de fabricación de papel, el término se usa con frecuencia como un término más general, que incluye todos los materiales adherentes que son solubles en solventes orgánicos, aunque insolubles en agua, e incluyen, por ejemplo, tinta o material adhesivo presente en papel reciclado. El material de depósito que se origina a partir de la fibra reciclada también se ha denominado “adherencias”. Sin embargo, para los propósitos de esta invención, el término “pez” incluirá no solo las partículas de pez naturales, derivadas de la pulpa de papel, sino, además, cualquier material adherente sintético o natural derivado de fibras recicladas y que forma depósitos insolubles en procesos de fabricación de papel.

10 El término “carbonato de calcio molido” (GCC, según su sigla en inglés), con el significado de la presente invención, es un carbonato de calcio obtenido de fuentes naturales, como caliza, mármol, creta o dolomita, y procesado a través de un tratamiento tal como la molienda, el tamizado y/o la fraccionación por medio de un proceso en húmedo o en seco, por ejemplo, mediante un ciclón o un clasificador.

15 Un “carbonato de calcio precipitado” (PCC, según su sigla en inglés), con el significado de la presente invención, es un material sintetizado, generalmente obtenido mediante la precipitación luego de la reacción de dióxido de carbono y cal en un entorno acuoso, o mediante la precipitación de una fuente de ion de carbonato y calcio en agua.

Un “medio acuoso”, con el significado de la presente invención, es un medio líquido que comprende agua, sólidos insolubles tales como fibras y componentes de pez.

El término “ácido carboxílico alifático”, con el significado de la presente invención, se refiere a compuestos orgánicos de cadena recta, cadena ramificada, saturados, insaturados o alicíclicos, compuestos por carbono e hidrógeno. Dicho compuesto orgánico además comprende un grupo carboxilo colocado al final del esqueleto de carbono.

25 El término “carbonato de calcio molido “hidrofobizado” o “carbonato de calcio precipitado hidrofobizado”, con el significado de la presente invención, se refiere a un carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado que ha sido procesado a través de una etapa de tratamiento adicional, a fin de tornar la superficie de las partículas de carbonato de calcio más hidrófobas.

30 Otro aspecto de la presente invención se dirige a un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado donde entre 10% y 19% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio

precipitado está cubierta por un revestimiento que consiste en un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono y sus productos de reacción. Se prefiere la cobertura de entre el 10% y el 19% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, por un revestimiento que consiste en

5 ácido esteárico y sus productos de reacción. Se prefiere, adicionalmente, la cobertura de entre el 13% y el 17% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, por un revestimiento que consiste en un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono y sus productos de reacción, preferentemente, por un revestimiento que consiste en ácido esteárico y sus productos de

10 reacción. Se prefiere además que la fuente de carbonato de calcio molido (GCC) sea seleccionada de mármol, creta, calcita, dolomita, caliza y sus mezclas, y/o que el carbonato de calcio precipitado (PCC) sea seleccionado de uno o más de las formas cristalinas mineralógicas aragonítica, vaterítica y calcítica. Asimismo, se prefiere que las partículas del carbonato de calcio molido y/o del carbonato de calcio precipitado tengan un

15 valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 0,1 a 50 μm , preferentemente, de 0,1 a 25 μm , más preferentemente, de 0,1 a 15 μm , y más preferentemente, de 0,5 a 5 μm , medido de acuerdo con el método de sedimentación.

Además, se prefiere que las partículas del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado tengan un área de superficie específica de 0,5 m^2/g a 25 m^2/g ,

20 preferentemente, 0,5 m^2/g a 15 m^2/g , y más preferentemente, 1 m^2/g a 11 m^2/g , medido usando nitrógeno y el método BET. Se prefiere, asimismo, que el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado se presenten en forma de polvo, en forma de gránulos o en forma de suspensión.

Un aspecto adicional de la presente invención se dirige al uso del carbonato de calcio

25 molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado para la reducción de la cantidad de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel. Aun otro aspecto de la presente invención se dirige a un compuesto que comprende el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado y pez.

30 De acuerdo con una forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, la fuente del carbonato de calcio molido (GCC) se selecciona de mármol, creta, calcita, dolomita, caliza y sus mezclas, y/o el carbonato de calcio

precipitado (PCC) se selecciona de una o más de las formas cristalinas mineralógicas aragonítica, vaterítica y calcítica.

De acuerdo con otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado
5 se presenta en forma de un polvo, o en forma de suspensión.

De acuerdo con aun otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 0,1 a 50 μm , preferentemente, de 0,1 a 25 μm , más preferentemente, de
10 0,1 a 15 μm , y más preferentemente, de 0,5 a 5 μm , medido de acuerdo con el método de sedimentación.

De acuerdo con una forma de realización preferida, las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un área de superficie específica de 0,5 m^2/g a 25 m^2/g , preferentemente, de 0,5 m^2/g a 15 m^2/g , y más
15 preferentemente, de 1 m^2/g a 11 m^2/g , medido usando nitrógeno y el método BET.

De acuerdo con otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, el agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido pentanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido láurico, ácido tridecanoico, ácido mirístico,
20 ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido heptadecanoico, ácido esteárico, ácido nonadecanoico, ácido araquídico, ácido heneicosílico, ácido behénico, ácido tricosílico, ácido lignocérico y sus mezclas; preferentemente, el agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido octanoico, ácido decanoico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico y sus mezclas; y más preferentemente,
25 el agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico y sus mezclas.

De acuerdo con aun otra forma de realización preferida, el agente hidrofobizante comprende una mezcla de dos ácidos carboxílicos alifáticos que tienen entre 5 y 24 átomos de carbono, con la condición de que un ácido carboxílico alifático sea ácido
30 esteárico.

De acuerdo con otra forma de realización preferida, el ácido carboxílico alifático es ácido esteárico, y el otro ácido se selecciona del grupo que consiste en ácido

octanoico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido araquídico, ácido behénico y ácido lignocérico.

De acuerdo con una forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, la etapa d) se lleva a cabo por medio de la mezcla del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado con el agente hidrofobizante.

De acuerdo con otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, la etapa d) se caracteriza porque tanto el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) como el agente hidrofobizante de la etapa c) se proveen en el estado seco o en un solvente.

De acuerdo con aun otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, la etapa d) se caracteriza porque o bien el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b), o el agente hidrofobizante de la etapa c) se proporciona en un solvente.

De acuerdo con una forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, el contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado con el agente hidrofobizante de la etapa d) se lleva a cabo a elevada temperatura, de modo que el agente hidrofobizante se presenta en el estado líquido o fundido. Preferentemente, el contacto de la etapa d) se lleva a cabo a una temperatura de por lo menos 50°C, preferentemente, de por lo menos 75°C, más preferentemente, de entre 50°C y 120°C, y más preferentemente, de entre 70°C y 100°C.

De acuerdo con otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, menos del 20% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o del carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d) está cubierta por un revestimiento que consiste en el agente hidrofobizante y sus productos de reacción.

De acuerdo con aun otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, entre el 10% y el 19% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o del carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d) está cubierta por un revestimiento que consiste en el agente hidrofobizante y sus productos de reacción; preferentemente, entre el 13% y el 17% del área de superficie específica.

De acuerdo con una forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, el medio acuoso por tratar se pone en contacto con 0,05 a 20% en peso, preferentemente, con 0,5 a 10% en peso, y más preferentemente, con 0,1 a 5% en peso, del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, sobre la base del peso total del medio acuoso.

De acuerdo con otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d) se usa en forma de polvo, en forma de gránulos, o en forma de suspensión.

De acuerdo con aun otra forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, el pH del medio acuoso que contiene pez se ajusta a un valor de >6 , más preferentemente, $> 6,5$, y aun más preferentemente, > 7 , antes de la adición del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado.

De acuerdo con una forma de realización preferida del proceso de acuerdo con la presente invención, el medio acuoso que contiene pez se selecciona del grupo que comprende pulpa mecánica, por ejemplo, madera molida, TMP [sigla en inglés de pulpa termomecánica), o pulpa quimiatermomecánica [CTMP, según su sigla en inglés], al igual que pulpa química, por ejemplo, pulpa kraft o pulpa de sulfato, o pulpa reciclada utilizada en el proceso de fabricación de papel.

Como se expone con anterioridad, el proceso de la invención para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel comprende las etapas a), b), c), d) y e). En lo que sigue, se hace referencia a detalles adicionales de la presente invención, y en especial, a las etapas mencionadas del proceso de la invención para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel.

Etapas a): Provisión de un medio acuoso que comprende pez.

De acuerdo con la etapa a) del proceso de la presente invención, se provee un medio acuoso que comprende pez generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel.

Se entiende que un medio acuoso que contiene pez es pulpa mecánica, por ejemplo, pulpa molida, TMP (pulpa termomecánica), o pulpa quimiatermomecánica (CTMP), al igual

que pulpa química, por ejemplo, pulpa kraft o pulpa de sulfato, o pulpa reciclada utilizada en el proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel.

La “pulpa mecánica”, con el significado de la presente invención, se prepara mediante el desmenuzado de troncos y astillas de madera de pulpa para formar los respectivos
5 componentes de fibra utilizando energía mecánica. La pulpa que contiene pez que puede someterse al proceso de la presente invención, en particular, proviene de pulpa de madera, que es el material más común utilizado para la fabricación de materiales de papel. La “pulpa de madera molida”, de acuerdo con la presente invención, proviene generalmente de árboles de madera blanda, tales como píceas, pino, abeto, alerce y
10 umbelíferas, aunque, además, algunas maderas duras tales como eucalipto, y se produce mediante la molienda de la madera para la obtención de fibras relativamente cortas, con molienda de roca.

La “pulpa termomecánica, de acuerdo con esta invención, se produce en un proceso termomecánico donde las astillas de madera o el aserrín se ablandan por medio de vapor
15 de agua, antes de entrar en una refinadora presurizada.

La “pulpa quimiatermomecánica”, de acuerdo con esta invención, se produce mediante el tratamiento de astillas de madera con agentes químicos tales como sulfito de sodio y vapor de agua, y el posterior tratamiento mecánico.

La “pulpa química”, conforme a esta invención, se produce mediante el tratamiento de
20 astillas de madera o aserrín con agentes químicos, a fin de liberar las fibras de celulosa mediante la eliminación de agentes aglutinantes tales como resinas de lignina y gomas. Los procesos de formación de pulpa de sulfato o Kraft son dos tipos de formación de pulpa química, donde el Kraft es el proceso de formación de pulpa predominante en la producción de pulpa química.

25 La “pulpa reciclada”, conforme a esta invención, deriva de papel y cartón reciclados, o de papel de desecho.

El pez que puede ser reducido de acuerdo con la presente invención puede describirse como sustancias disueltas y coloidales (DCS), y comprende especies tales como grasas y ácidos grasos, ésteres y esteroides de esterilo, terpenoides y ceras compuestas de
30 alcoholes grasos y ésteres. La composición química depende de la fuente de fibra, tal como la variedad de árbol, y del crecimiento estacional del cual se produce la muestra.

Con respecto a la pulpa reciclada, debe observarse que el término pez se usa además para describir materiales orgánicos dúctiles, adherentes, hidrófobos y/o cargados en superficie, hallados en sistemas de papel reciclado. Estos materiales orgánicos comprenden una diversidad de diferentes materiales, como adhesivos, aglutinantes de
5 estireno-butadieno, látex en general, caucho, acrilatos de vinilo, poliisopreno, polibutadieno, fundiciones calientes, etc.

Opcionalmente, pueden agregarse aditivos a la muestra de medio acuoso que contiene pez por tratar. Estos aditivos pueden incluir agentes para el ajuste del pH, etc.

Etapas b): Provisión de un carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado.

De acuerdo con la etapa b) del proceso de la presente invención, se provee un carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado.

Se entiende que el carbonato de calcio molido (GCC) (o natural) es una forma natural de carbonato de calcio, extraído de rocas sedimentarias tales como caliza o creta, o de rocas
15 de mármol metamórficas. Se sabe que el carbonato de calcio se presenta como tres tipos de polimorfos cristalinos: calcita, aragonita y vaterita. La calcita, el polimorfo cristalino más común, se considera la forma cristalina más estable de carbonato de calcio. La menos común es aragonita, que tiene una estructura cristalina ortorrómbica de aguja separada o agrupada. La vaterita es el polimorfo de carbonato de calcio menos frecuente, y es
20 generalmente inestable. El carbonato de calcio molido es casi exclusivamente del polimorfo calcítico, que se dice es trigonal-romboedro y representa la forma más estable de los polimorfos de carbonato de calcio.

Preferentemente, la fuente del carbonato de calcio molido se selecciona del grupo que comprende mármol, creta, calcita, dolomita, caliza y sus mezclas. En una forma de forma
25 de realización preferida, la fuente del carbonato de calcio molido es calcita.

El término “fuente” del carbonato de calcio, con el significado de la presente solicitud, se refiere al material mineral natural del cual se obtiene el carbonato de calcio. La fuente del carbonato de calcio puede comprender otros componentes naturales, como carbonato de magnesio, aluminosilicato, etc.

Adicional o alternativamente, se provee un carbonato de calcio precipitado (PCC). Los polimorfos del carbonato de calcio del tipo PCC a menudo incluyen, además de las calcitas, polimorfos menos estables del tipo aragonítico, que tienen una forma cristalina

ortorrómbica, acicular, y del tipo vaterítico hexagonal, que tienen una estabilidad aun menor que la aragonita. Las diferentes formas de PCC pueden ser idénticas, de acuerdo con sus picos característicos de difracción de polvo de rayos x (XRD, según su sigla en inglés). La síntesis de PCC se produce con mayor frecuencia mediante una reacción de precipitación sintética que incluye una etapa de contacto de dióxido de carbono con una solución de hidróxido de calcio, donde esta última, con mayor frecuencia, es proporcionada con la formación de una suspensión acuosa de óxido de calcio, también conocida como cal quemada, y cuya suspensión es comúnmente conocida como lechada de cal. De acuerdo con las condiciones de reacción, este PCC puede producirse en diversas formas, que abarcan tanto polimorfos estables como inestables. De hecho, el PCC con frecuencia representa un material de carbonato de calcio termodinámicamente inestable. Cuando se menciona en el contexto de la presente invención, se entenderá que el PCC significa productos de carbonato de calcio sintéticos obtenidos mediante la carbonación de una suspensión de hidróxido de calcio, comúnmente denominada en la técnica una suspensión de cal o lechada de cal, cuando deriva de partículas de óxido de calcio finamente divididas, en agua.

El carbonato de calcio sintético preferido es carbonato de calcio precipitado que comprende formas cristalinas mineralógicas aragoníticas, vateríticas o calcíticas, o sus mezclas.

En una forma de forma de realización preferida, se provee un carbonato de calcio molido. En una forma de forma de realización especialmente preferida, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado provistos en la etapa b) del presente proceso no son un carbonato de calcio molido reaccionado en superficie y/o un carbonato de calcio precipitado reaccionado en superficie. En particular, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado provistos en la etapa b), con el significado de la presente invención, no han sido tratados con un ácido y con dióxido de carbono antes de la etapa d) del presente proceso. Además, se prefiere que el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado tengan un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 0,1 a 50 μm , preferentemente, de 0,1 a 25 μm , más preferentemente, de 0,1 a 15 μm , y más preferentemente, de 0,5 a 5 μm , medido de acuerdo con el método de sedimentación. Por ejemplo, las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas

de carbonato de calcio precipitado tienen un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 1,5 μm .

Las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado, preferentemente, tienen un área de superficie específica de 0,5 m^2/g a 25 m^2/g , preferentemente, de 0,5 m^2/g a 15 m^2/g , y más preferentemente, de 1 m^2/g a 11 m^2/g , medido usando nitrógeno y el método BET. Por ejemplo, las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un área de superficie específica de 3,5 m^2/g a 4 m^2/g . Alternativamente, las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un área de superficie específica de 1,0 m^2/g a 1,5 m^2/g . Alternativamente, las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un área de superficie específica de 10 m^2/g a 10,5 m^2/g .

En una forma de forma de realización preferida, las partículas de carbonato de calcio natural molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un área de superficie específica dentro del rango de 0,5 m^2/g a 25 m^2/g , y un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} dentro del rango de 0,1 a 50 μm . Más preferentemente, el área de superficie específica se encuentra dentro del rango de 0,5 m^2/g a 15 m^2/g , y el valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} se encuentra dentro del rango de 0,1 a 25 μm . Aun más preferentemente, el área de superficie específica se encuentra dentro del rango de 0,5 m^2/g a 15 m^2/g , y el valor de mediana en peso de diámetro de partícula se encuentra dentro del rango de 0,1 a 15 μm . Más preferentemente, el área de superficie específica se encuentra dentro del rango de 1 m^2/g a 11 m^2/g , y el valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} se encuentra dentro del rango de 0,5 a 5 μm . Por ejemplo, las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un área de superficie específica dentro del rango de 3,5 m^2/g a 4 m^2/g , y un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 1,5 μm . Alternativamente, las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un área de superficie específica dentro del rango de 10 m^2/g a 10,5 m^2/g , y un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 0,6 μm .

En una forma de forma de realización especialmente preferida, se proporcionan partículas de carbonato de calcio molido que tienen un área de superficie específica dentro del rango

de 3,5 m²/g a 4 m²/g, y un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 1,5 µm. En otra forma de realización especialmente preferida, se proporcionan partículas de carbonato de calcio molido que tienen un área de superficie específica dentro del rango de 10 m²/g a 10,5 m²/g y un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 0,6 µm.

En una forma de realización preferida, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se proporcionan en la forma de un polvo.

El término “polvo”, de acuerdo con la presente invención, contempla polvos minerales sólidos de por lo menos 90% en peso de materia mineral inorgánica, sobre la base del peso total del polvo, donde las partículas de polvo tienen un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 50 µm o inferior, preferentemente, inferior a 25 µm, y más preferentemente, inferior a 15 µm, con mayor preferencia, entre 0,5 µm y 5,0 µm, medido de acuerdo con el método de sedimentación.

Alternativa o adicionalmente, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se proporciona en forma de suspensión.

Una “suspensión”, con el significado de la presente invención, es una suspensión que comprende sólidos insolubles y agua, y opcionalmente, otros aditivos. Las suspensiones habitualmente contienen grandes cantidades de sólido, y son más viscosas y generalmente de mayor densidad que el líquido a partir del cual se forman. Se acepta en la técnica que el término general “dispersión” cubre, entre otros, “suspensiones”, como un tipo específico de dispersión.

A fin de obtener partículas de carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de las respectivas dimensiones, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado pueden someterse a un proceso de molienda antes del tratamiento con un agente hidrofobizante de acuerdo con la etapa d) del proceso de la presente invención. La etapa de molienda puede llevarse a cabo con cualquier aparato de molienda convencional, por ejemplo, un molino de trituración conocido por el experto en la técnica.

Dicha etapa de molienda puede requerir un secado del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, de manera de obtener el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado en forma de un polvo.

Se entiende que el término “secado” hace referencia a partículas de carbonato de calcio molido y/o a partículas de carbonato de calcio precipitado que tienen un contenido total de

humedad de superficie inferior a 0,5% en peso, preferentemente, inferior a 0,2% en peso, y más preferentemente, inferior a 0,1% en peso, sobre la base del peso total de las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado.

5 Etapa c): Provisión de un agente hidrofobizante.

De acuerdo con la etapa c) del proceso de la presente invención, se provee un agente hidrofobizante seleccionado de un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono.

El ácido carboxílico alifático, con el significado de la presente invención, puede
10 seleccionarse de uno o más ácidos carboxílicos de cadena recta, de cadena ramificada, saturados, insaturados y/o alicíclicos. Preferentemente, el ácido carboxílico alifático es un ácido monocarboxílico; es decir, el ácido carboxílico alifático se caracteriza porque se presenta un solo grupo carboxilo. Dicho grupo carboxilo se coloca al final del esqueleto de carbono.

15 En una forma de realización preferida, el agente hidrofobizante se selecciona de ácidos carboxílicos no ramificados saturados; es decir, el agente hidrofobizante se selecciona, preferentemente, del grupo de ácidos carboxílicos que consisten en ácido pentanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido láurico, ácido tridecanoico, ácido mirístico, ácido
20 pentadecanoico, ácido palmítico, ácido heptadecanoico, ácido esteárico, ácido nonadecanoico, ácido araquídico, ácido heneicosílico, ácido behénico, ácido tricosílico, ácido lignocérico y sus mezclas.

En una forma de realización preferida adicional, el agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido octanoico, ácido decanoico, ácido láurico, ácido mirístico,
25 ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico y sus mezclas. Preferentemente, el agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico y sus mezclas.

En una forma de realización especialmente preferida, el agente hidrofobizante es ácido esteárico.

30 En una forma de realización preferida, el agente hidrofobizante comprende una mezcla de por lo menos dos ácidos carboxílicos alifáticos que tienen entre 5 y 24 átomos de carbono. Preferentemente, se provee una mezcla de dos ácidos carboxílicos que tienen entre 5 y 24

átomos de carbono, con la condición de que un ácido carboxílico alifático es ácido esteárico.

En una forma de realización aun más preferida, el ácido carboxílico alifático es de ácido, y el otro se selecciona del grupo que consiste en ácido octanoico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido araquídico, ácido behénico y ácido lignocérico.

Si el agente hidrofobizante de acuerdo con la presente invención comprende una mezcla de dos ácidos carboxílicos alifáticos que tienen entre 5 y 24 átomos de carbono, la relación molar de ácido esteárico y el segundo ácido carboxílico alifático es de 99:1 a 1:99, más preferentemente, de 50:1 a 1:50, aún más preferentemente, de 25:1 a 1:25, y más preferentemente, de 10:1 a 1:10. En una forma de realización especialmente preferida de la presente invención, la relación molar de ácido esteárico y el segundo ácido carboxílico alifático es de 90:1 a 1:1, más preferentemente, de 90:1 a 10:1, y más preferentemente, de 90:1 a 50:1. En otra forma de realización preferida, la relación molar de ácido esteárico y el segundo ácido carboxílico alifático es 1:1.

Si el agente hidrofobizante de acuerdo con la presente invención comprende una mezcla de dos ácidos carboxílicos alifáticos que tienen entre 5 y 24 átomos de carbono, el agente hidrofobizante preferentemente comprende una mezcla de ácido esteárico y ácido mirístico. En una forma de realización preferida adicional, el agente hidrofobizante comprende una mezcla de ácido esteárico y ácido palmítico. Aun en otra forma de realización preferida, el agente hidrofobizante comprende una mezcla de ácido esteárico y ácido araquídico. En aun otra forma de realización preferida, el agente hidrofobizante comprende una mezcla de ácido esteárico y ácido behénico. En una forma de realización preferida más, el agente hidrofobizante comprende una mezcla de ácido esteárico y ácido lignocérico. En aun otra forma de realización preferida, el agente hidrofobizante comprende una mezcla de ácido esteárico y ácido octanoico.

El agente hidrofobizante se proporciona, preferentemente, en forma de escamas del respectivo ácido carboxílico alifático. Adicional o alternativamente, el agente hidrofobizante se proporciona en un solvente; es decir, el agente hidrofobizante se presenta en un estado disuelto. Un "estado disuelto", con el significado de la presente invención, se define como el estado en el cual el agente hidrofobizante y el solvente forman una fase homogénea.

Preferentemente, el solvente se selecciona de los grupos de alcohol, cetonas, ésteres de carboxilo, éteres, alcanos o compuestos de arilo. Los solventes tienen un punto de fusión,

preferentemente, entre -90°C y 0°C . Por ejemplo, pueden seleccionarse etanol, acetona o tolueno.

En una forma de realización preferida, el agente hidrofobizante se proporciona en el estado líquido o fundido del respectivo ácido carboxílico alifático; es decir, si el ácido carboxílico alifático es un sólido a temperatura ambiente, el agente hidrofobizante se calienta hasta una temperatura tal que se obtiene la forma líquida del ácido carboxílico alifático. Preferentemente, el agente hidrofobizante se calienta hasta una temperatura de por lo menos 50°C , preferentemente, de por lo menos 75°C , más preferentemente, de entre 50°C y 120°C , y más preferentemente, de entre 70°C y 100°C . Por ejemplo, el agente hidrofobizante se calienta hasta una temperatura de 80°C .

Etapla d): Contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado con el agente hidrofobizante.

De acuerdo con la etapa d) del proceso de la presente invención, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) se pone en contacto con el agente hidrofobizante de la etapa c) para la obtención de un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio molido hidrofobizado.

En el proceso de la presente invención, el contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado con el agente hidrofobizante, preferentemente, se lleva a cabo mediante la mezcla del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado con el agente hidrofobizante. La “mezcla”, con el sentido de la presente invención, puede efectuarse por cualquier proceso de mezcla convencional conocido por el experto en la técnica. Preferentemente, la mezcla se lleva a cabo con agitación continua a fin de poner en contacto en forma pareja las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado de la etapa b) con el agente hidrofobizante de la etapa c).

En una forma de realización preferida, el contacto de la etapa d) se caracteriza porque o bien el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b), o el agente hidrofobizante de la etapa c), se proporciona en un solvente. Esto es, o bien el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) se provee en forma de suspensión, o el agente hidrofobizante de la etapa c) se disuelve en un solvente. Por ejemplo, si el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) se provee en forma de suspensión, el agente hidrofobizante de

la etapa c) se provee en la forma de escamas, o el agente hidrofobizante de la etapa c) se provee en la forma de estado líquido o fundido. Alternativamente, si el agente hidrofobizante de la etapa c) se provee en un solvente, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) se provee en forma de un polvo.

- 5 En una forma de realización preferida, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) se proporciona en forma de suspensión, y el agente hidrofobizante de la etapa c) se proporciona en el estado fundido. En una forma de realización preferida, se precalienta la suspensión del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado.
- 10 En otra forma de realización preferida, el contacto de la etapa d) puede llevarse a cabo o bien mediante el contacto tanto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) como del agente hidrofobizante de la etapa c) (i) en el estado seco; o (ii) en un solvente.

Por ejemplo, si el contacto de la etapa d) se lleva a cabo en un solvente, entonces el
15 agente hidrofobizante de la etapa c) debe estar en un estado disuelto dentro del solvente, mientras que el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) se proporciona en forma de suspensión. En una forma de realización preferida, se precalienta la suspensión del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado.

- 20 Alternativamente, el contacto de la etapa d) se lleva a cabo mediante el contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) y el agente hidrofobizante de la etapa c) en el estado seco. Por ejemplo, el contacto de la etapa d) se caracteriza porque el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) se proporcionan en forma de un polvo, y el agente hidrofobizante de la etapa c)
- 25 se proporciona en forma de escamas, o el agente hidrofobizante de la etapa c) se proporciona en el estado líquido o fundido. En una forma de realización preferida, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) se proporcionan en forma de un polvo, y el agente hidrofobizante de la etapa c) se proporciona en el estado fundido.

- 30 En una forma de realización preferida del presente proceso, el contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado con el agente hidrofobizante se lleva a

cabo a temperatura elevada, de modo que el agente hidrofobizante se presenta en el estado líquido o fundido.

Un estado “líquido” o “fundido”, con el significado de la presente invención, se define como el estado en el cual el agente hidrofobizante es enteramente líquido; en otras palabras, es enteramente fundido. Mientras que el fenómeno de la fusión se produce a una temperatura constante con la aplicación de energía, una sustancia se califica como fundida desde el momento después de la fusión cuando comienza a elevarse la temperatura, como se observa en una curva que traza la temperatura en comparación con la entrada de energía obtenida por medio de la calorimetría de barrido dinámico, DSC (DIN 51005: 1983-11).

Preferentemente, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura de por lo menos 50°C, preferentemente, por lo menos 75°C, más preferentemente, entre 50°C y 120°C, y más preferentemente, entre 70°C y 100°C. En una forma de realización preferida, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura de 80°C. En una forma de realización especialmente preferida, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura constante.

Por ejemplo, si se usa ácido esteárico como el agente hidrofobizante, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, preferentemente, se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura de por lo menos 70°C, y más preferentemente, a una temperatura de 80°C. Si se usa ácido octanoico o ácido mirístico como el agente hidrofobizante, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, preferentemente, se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura de por lo menos 55°C, y más preferentemente, a una temperatura de 65°C. Si se usa ácido palmítico como el agente hidrofobizante, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, preferentemente, se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura de por lo menos 65°C, y más preferentemente, a una temperatura de 75 °C. Si se usa ácido araquídico como el agente hidrofobizante, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, preferentemente, se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura de por lo menos 75°C, y más preferentemente, a una temperatura de 85°C. Si se usa ácido behénico como el agente hidrofobizante, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado,

preferentemente, se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura de por lo menos 80°C, y más preferentemente, a una temperatura de 90°C. Si se usa ácido lignocérico como el agente hidrofobizante, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, preferentemente, se ponen en contacto con el agente hidrofobizante a una temperatura de por lo menos 85°C, y más preferentemente, a una temperatura de 95°C.

En una forma de realización preferida, el carbonato de calcio molido hidrofobizado se prepara mediante el contacto del carbonato de calcio molido con ácido esteárico a una temperatura de 80°C.

- 10 En otra forma de realización preferida, el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado se prepara mediante el contacto del carbonato de calcio precipitado con ácido esteárico a una temperatura de 80°C.

En una forma de realización preferida adicional, el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se precalientan; es decir, el polvo o la suspensión de carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se agita durante un período de tiempo suficiente a una temperatura elevada a fin de garantizar una distribución pareja de calor dentro de las partículas o dentro de la suspensión.

Preferentemente, el precalentamiento de las partículas de carbonato de calcio molido y/o de las partículas de carbonato de calcio precipitado se lleva a cabo con agitación continua a temperatura elevada. En una forma de realización preferida, el precalentamiento del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se lleva a cabo con agitación continua a una temperatura constante de por lo menos 50°C, preferentemente, de por lo menos 75°C, más preferentemente, de entre 50°C y 120°C, y más preferentemente, de entre 70°C y 100°C. En una forma de realización preferida adicional, el precalentamiento del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se lleva a cabo con agitación continua a una temperatura constante de 80°C.

En el caso de precalentar el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, el precalentamiento, preferentemente, se lleva a cabo durante un período de tiempo de por lo menos 30 s, más preferentemente, de por lo menos 90 s, y más preferentemente, de por lo menos 120 s. En una forma de realización preferida, el precalentamiento se lleva a cabo durante un período de tiempo de entre 1 min y 5 min, preferentemente, entre 1 min y 4 min, y más preferentemente, entre 2 min y 3 min, por

ejemplo, durante 2,5 min. Por ejemplo, el precalentamiento del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se lleva a cabo con agitación continua a una temperatura constante de 80°C, durante un período de tiempo de 2,5 min.

Luego de la adición del agente hidrofobizante al carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado, la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado, preferentemente, se pone en contacto mediante la mezcla durante un período de tiempo suficiente a temperatura elevada a fin de garantizar una distribución pareja de agente hidrofobizante sobre la superficie de las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado. En una forma de realización preferida, la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado se mezcla a una temperatura de por lo menos 50°C, preferentemente, de por lo menos 75°C, más preferentemente, de entre 50°C y 120°C, y más preferentemente, de entre 70°C y 100°C. Por ejemplo, la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado se mezcla a una temperatura de 80°C.

La mezcla de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado a elevada temperatura, preferentemente, se lleva a cabo durante un período de tiempo de por lo menos 1 min, más preferentemente, de por lo menos 2 min, y más preferentemente, de por lo menos 4 min.

La mezcla de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado a elevada temperatura se lleva a cabo en uno o más intervalos. El término “un intervalo”, de acuerdo con la presente invención, se refiere a una mezcla continua de la combinación a elevada temperatura, durante un período de tiempo definido. El término “más intervalos” se refiere a una mezcla discontinua de la combinación a elevada temperatura, durante un período definido de tiempo en el cual la mezcla es interrumpida por lo menos una vez.

En una forma de realización preferida, la mezcla de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado a elevada temperatura se lleva a cabo en un intervalo. Por ejemplo, la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado se mezcla en forma continua durante un período de tiempo de entre 1 min y 10 min, preferentemente, entre 2 min y 8 min, y más preferentemente, entre 4 min y 6 min; por ejemplo, durante 5

min. Por ejemplo, el contacto de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado se lleva a cabo con mezcla continua a una temperatura de 80°C, durante un período de tiempo de 5 min.

En el caso de que la mezcla de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado a elevada temperatura se lleva a cabo en más de un intervalo, la mezcla, preferentemente, se realiza en dos intervalos. En una forma de realización preferida, la mezcla de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado a temperatura elevada se lleva a cabo en dos intervalos iguales; es decir, los intervalos son de un tiempo aproximadamente equivalente. Por ejemplo, la mezcla de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado a temperatura elevada se caracteriza porque cada intervalo tiene una longitud equivalente de entre 1 min y 5 min, preferentemente, entre 1 min y 4 min, y más preferentemente, entre 2 min y 3 min, por ejemplo, 2,5 min.

En otra forma de realización preferida, la mezcla de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido a temperatura elevada se lleva a cabo en dos intervalos no equivalentes; es decir, los intervalos no tienen un tiempo equivalente. Por ejemplo, la mezcla de la combinación de agente hidrofobizante y carbonato de calcio molido y/o carbonato de calcio precipitado a temperatura elevada se caracteriza porque cada intervalo tiene una longitud de entre 1 min y 5 min, preferentemente, entre 1 min y 4 min, y más preferentemente, entre 2 min y 3 min.

El grado de hidrofobización (X) puede ser ajustado por el porcentaje de área de superficie específica disponible cubierta por un revestimiento que consiste en el agente hidrofobizante y sus productos de reacción. El grado de hidrofobización (X) puede calcularse con la siguiente Ec. 1:

$$X = \delta m_{\text{Exp}} / (M_{\text{FA}} * A_s * n_A) \quad [1]$$

donde:

X: grado de hidrofobización;

δm_{Exp} : pérdida de masa experimental en el TGA [análisis termogravimétrico, según su sigla en inglés] a entre 150°C y 400°C;

M_{FA} : masa molecular del ácido carboxílico;

A_s : área de superficie específica de la partícula de carbonato de calcio molido y/o de la partícula de carbonato de calcio precipitado;

n_A : moléculas de ácido carboxílico necesarias para cubrir 1 m^2 de la partícula de carbonato de calcio molido y/o del carbonato de calcio precipitado. Habitualmente, $6 \text{ } \mu\text{mol} \cdot \text{m}^{-2}$ para ácidos carboxílicos.

Preferentemente, el grado de hidrofobización se ajusta a un valor que aún permite la formación de una suspensión de las partículas de carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, en el medio acuoso por tratar, con un grado razonable de agitación. La flotación del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado sobre la superficie del agua, aun con un grado razonable de agitación, debe evitarse.

El término “productos de reacción”, con el significado de la presente invención, se refiere a los productos obtenidos típicamente mediante el contacto de un carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado con un agente hidrofobizante seleccionado de un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono. Dichos productos de reacción se forman, preferentemente, entre el agente hidrofobizante aplicado y las moléculas ubicadas en la superficie del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado.

En particular, menos del 20% del área de superficie específica de las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado obtenidos en la etapa d) está cubierto por un revestimiento que consiste en el agente hidrofobizante y sus productos de reacción. En una forma de realización preferida, entre el 10% y el 19% del área de superficie específica de las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado obtenidos en la etapa d) está cubierto por un revestimiento que consiste en el agente hidrofobizante y sus productos de reacción, preferentemente, entre el 13% y el 17% del área de superficie específica. Por ejemplo, el 15% del área de superficie específica de las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado está cubierto por un revestimiento que consiste en el agente hidrofobizante y sus productos de reacción. En una forma de realización especialmente preferida, el 15% del área de superficie específica de las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio

precipitado está cubierto por un revestimiento que consiste en ácido esteárico y sus productos de reacción.

El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenido de este modo pueden implementarse convenientemente en la etapa e) del proceso de la presente solicitud, para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel.

Etapas e): Contacto del medio acuoso con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado.

De acuerdo con la etapa e) del proceso de la presente invención, el medio acuoso que contiene pez provisto en la etapa a) se pone en contacto con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d). En el proceso de la presente invención, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado pueden ponerse en contacto con el medio acuoso que contiene pez por cualquier medio de alimentación convencional conocido por el experto en la técnica.

El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado pueden agregarse al medio acuoso por tratar en cualquier forma apropiada, por ejemplo, en forma de gránulos o de un polvo, o en forma de una torta. Preferentemente, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado se presentan en forma de polvo y/o en forma de gránulos. En una forma de realización preferida, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado se presentan en forma de polvo, antes de ponerse en contacto con el medio acuoso por tratar. Alternativamente, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado pueden agregarse al medio acuoso por purificar como una suspensión acuosa, por ejemplo, en la forma de suspensión.

Una "suspensión", con el significado de la presente invención, comprende sólidos insolubles, es decir, carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, y agua, y opcionalmente, otros aditivos. Las suspensiones habitualmente contienen grandes cantidades de sólidos, y son más viscosas y generalmente de mayor densidad que el líquido a partir del cual se forman. Se acepta en

la técnica que el término general “dispersión” cubre, entre otros, “suspensiones” como un tipo específico de dispersión.

En un proceso preferido de la presente invención, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado se suspenden en agua, antes de ponerse en contacto con el medio acuoso por tratar. Preferentemente, dicha suspensión tiene un contenido de carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado dentro del rango de 1% en peso a 80% en peso, más preferentemente, 3% en peso a 60% en peso, y aun más preferentemente, 5% en peso a 40% en peso, sobre la base del peso de la suspensión.

El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado pueden mantenerse en suspensión, en forma opcional, estabilizados adicionalmente por un dispersante. Pueden usarse los dispersantes convencionales conocidos por el experto en la técnica. Un dispersante preferido es ácido poliacrílico.

Dentro del contexto de la presente invención, es posible además la provisión de una fase inmóvil, por ejemplo, en forma de una torta o capa, que comprende el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, donde el medio acuoso corre a través de dicha fase inmóvil. En una forma de realización alternativa, el medio acuoso por purificar se pasa a través de un filtro permeable que comprende el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, y opcionalmente, talco, y que es capaz de retener, mediante la exclusión por tamaño, las impurezas sobre la superficie del filtro a medida que se pasa el líquido a través de este, por gravedad, vacío o a presión. Este proceso se denomina “filtración superficial”.

En otra técnica preferida conocida como filtración de profundidad, un auxiliar de filtración, que comprende una cantidad de pasajes sinuosos de diversos diámetros y configuraciones, retiene impurezas por medio de fuerzas moleculares y/o eléctricas que adsorben las impurezas hacia el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado presente dentro de dichos pasajes, y/o por medio de la exclusión por tamaño, reteniendo las partículas de impurezas si son demasiado grandes para pasar a través del espesor entero de la capa de filtro.

Preferentemente, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado se suspenden en el medio acuoso que contiene pez, por

ejemplo, por medio de agitación. La cantidad de carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado depende del tipo de pez o de la especie de pez por adsorber. Preferentemente, se agrega una cantidad de 0,05 - 25% en peso, más preferentemente, 0,25 - 10% en peso y más preferentemente, 0,5-2% en peso, sobre la base del peso en el horno (100°C) de fibras secas. Alternativamente, la cantidad de carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado por utilizar para el tratamiento del medio acuoso es 0,05 a 20% en peso, más preferentemente, 0,5 a 10% en peso, y aun más preferentemente, 0,1 a 5% en peso, sobre la base del peso total del medio acuoso por tratar.

- 10 En una forma de realización preferida, el pH del medio acuoso que contiene pez se ajusta a un valor mayor que 6,0, más preferentemente, mayor que 6,5, y aun más preferentemente, mayor que 7,0, antes de la adición del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado.

En una forma de realización preferida, se agrega talco al medio acuoso que contiene pez, con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado.

Los talcos útiles en la presente invención son cualquier talco comercial, por ejemplo, talcos de Sotkamo (Finlandia), Three Springs (Australia), Haicheng (China), de los Alpes (Alemania), Florencia (Italia), Tyrol (Austria), Shetland (Escocia), Transvaal (Sudáfrica), los Apalaches, California, Vermont y Texas (USA).

De acuerdo con el origen del talco grueso, puede haber varias impurezas allí contenidas, tales como clorita, dolomita y magnesita, anfíbol, biotita, olivino, piroxeno, cuarzo y serpentina.

Se prefiere para el uso en la presente invención los talcos que tienen un contenido de talco puro de > 90% en peso, por ejemplo, > 95% en peso o > 97% en peso, y hasta > 100% en peso.

Las partículas de talco empleadas en la presente invención pueden tener un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} , medido de acuerdo con el método de sedimentación, en el rango de 0,1 a 50 μm , por ejemplo, 0,2 a 40 μm , preferentemente, 0,3 a 30 μm , más preferentemente, 0,4 a 20 μm , en particular, 0,5 a 10 μm , por ejemplo, 1, 4 o 7 μm .

El área de superficie específica del talco puede ser entre 3 y 100 m²/g, preferentemente, entre 7 m²/g y 80 m²/g, más preferentemente, entre 9 m²/g y 60 m²/g, por ejemplo, 51 m²/g, en especial, entre 10 y 50 m²/g, por ejemplo, 30 m²/g, medida usando nitrógeno y el método BET.

- 5 El talco puede usarse en forma de polvo. Como una alternativa, puede mantenerse en suspensión, de manera opcional, adicionalmente estabilizado por un dispersante. Pueden emplearse los dispersantes convencionales conocidos por el experto en la técnica. El dispersante puede ser aniónico o catiónico.

Preferentemente, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado y el talco se mezclan, preferentemente, en forma de polvo, antes de ponerse en contacto con el medio acuoso que contiene pez por ser tratado. La combinación puede llevarse a cabo por cualquier medio convencional conocido por el experto en la técnica.

Alternativamente, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado y el talco pueden agregarse al medio acuoso que contiene pez en etapas separadas.

Preferentemente, el talco se suspende junto con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado en el medio acuoso que contiene pez, por ejemplo, por medio de agitación. La cantidad de talco depende del tipo de pez o de la especie de contaminante por adsorber. Preferentemente, se agrega una cantidad de 0,05 - 25% en peso, más preferentemente, 0,25 - 10% en peso, y más preferentemente, 0,5 - 2% en peso, sobre la base del peso en el horno (100°C) de las fibras secas. Alternativamente, la cantidad de talco por utilizar para el tratamiento de agua es 0,05 a 20% en peso, más preferentemente, 0,5 a 10% en peso, y aun más preferentemente, 0,1 a 5% en peso, sobre la base del peso total del medio acuoso que contiene pez por tratar.

Después de completarse la adsorción, los compuestos de carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, pez, y opcionalmente, talco, pueden separarse del medio acuoso por medios de separación convencionales conocidos por el experto, tales como la sedimentación y filtración.

El medio acuoso obtenido en la etapa e) del presente proceso contiene una cantidad de pez inferior a la cantidad de pez contenida en un correspondiente medio acuoso obtenido

por el mismo proceso, aunque sin su contacto con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado. En una forma de realización preferida, el medio acuoso obtenido en la etapa e) del presente proceso contiene una cantidad de pez coloidal inferior a la cantidad de pez contenida en un correspondiente medio acuoso obtenido por el mismo proceso, aunque sin su contacto con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado.

Preferentemente, el medio acuoso obtenido en la etapa e) contiene una cantidad de pez reducida por lo menos el 20% en peso, más preferentemente, por lo menos el 50% en peso, más preferentemente, por lo menos el 75% en peso, en comparación con el medio acuoso que contiene pez provisto en la etapa a).

De acuerdo con un aspecto adicional de la presente invención, se provee un compuesto que comprende el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, pez, y opcionalmente, talco. Con respecto a la definición del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, el pez, el talco, y sus realizaciones preferidas, se hace referencia a las afirmaciones proporcionadas anteriormente en la descripción de las etapas de proceso a), b), c), d) y e).

Se ha demostrado que el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado de la presente invención adsorben con rapidez las especies de pez en el entorno de fabricación de papel. En particular, los medios acuosos obtenidos por el proceso de la presente invención se caracterizan porque contienen una cantidad considerablemente reducida de pez o especies de pez, tales como pez coloidal. Los papeles fabricados a partir de estos medios acuosos se caracterizan porque se crean menos puntos en el producto final. A modo de otra ventaja, el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado reduce la tendencia a formar depósitos sobre el equipamiento de fabricación de papel.

En vista de los muy buenos resultados del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado en la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel como se define con anterioridad, un aspecto adicional de la presente invención es su uso en un medio acuoso para la reducción de la cantidad de pez allí contenida. De acuerdo con otro

aspecto de la presente invención, se provee un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado caracterizado porque entre el 10% y el 19% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido y/o del carbonato de calcio precipitado está cubierto por un revestimiento que consiste en un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono, y sus productos de reacción. Con respecto a la definición del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado y sus realizaciones preferidas, se hace referencia a las afirmaciones proporcionadas con anterioridad, en la descripción de las etapas de proceso b), c), d) y e). Las siguientes figuras, ejemplos y ensayos ilustrarán la presente invención, si bien no tienen la intención de restringirla a las realizaciones ejemplificadas. Los ejemplos expuestos a continuación muestran la eficacia del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel de acuerdo con la presente invención.

15 Descripción de las Figuras.

Figura 1: ilustra la turbiedad normalizada después del tratamiento mineral del filtrado de TMP; 100% corresponde a 349 NTU.

Figura 2: ilustra la demanda de oxígeno química (COD, según su sigla en inglés) normalizada después del tratamiento mineral del filtrado de TMP; 100% corresponde a 3644 mg O₂ /dm³.

Figura 3: ilustra el análisis termogravimétrico del mineral después de la adsorción. La fracción en peso perdida se registró entre 200 y 1000°C, y se corrige con la pérdida de peso del correspondiente polvo mineral.

Figura 4: ilustra los valores de demanda de oxígeno química (COD) normalizados, la gravimetría y la turbiedad de un filtrado de TMP después de un experimento de adsorción con los polvos minerales contra la cobertura de superficie de los polvos minerales con ácido esteárico.

Figura 5: ilustra el análisis termogravimétrico de la fase mineral después de los experimentos de adsorción contra la cobertura de superficie de los polvos minerales con ácido esteárico. Se sustrae la pérdida de peso de los polvos minerales iniciales (antes de la adición al filtrado de TMP) (pérdida neta).

Figura 6: ilustra la hidrofobicidad de los polvos minerales evaluados con su rango de cobertura de ácido esteárico X_{SA} , que incluye además la muestra de talco de alta área de superficie (HSA, según su sigla en inglés). Cuanto mayor es el área del lado derecho de la línea, mayor es la hidrofobicidad. El área sombreada refleja la situación para el talco.

5 Figura 7: ilustra el pico isotérmico de adsorción sobre la base de la información de turbiedad para OMC-1 no tratado, carbonato de calcio molido (GCC) tratado (15% cobertura de superficie) y HSA-talco.

Figura 8: ilustra el contenido de extractos de éter de petróleo del filtrado de TMP 4 antes y después de la adsorción. Los extractos se dividen en los grupos: ácidos grasos, ácidos de resina, lignanos, esteroides, ésteres, triglicéridos y una fracción desconocida.

Figura 9: ilustra la composición relativa de los grupos de extractos en el filtrado de TMP antes y después de la adsorción.

Figura 10: ilustra el contenido de carbohidrato, soluble en ácido e insoluble en ácido, en los filtrados de TMP antes y después de la adsorción.

15

EJEMPLOS

A. Materiales y métodos.

20 1. Pulpa que contiene pez.

Se proporcionan cuatro ensayos separados que utilizan TMP no blanqueada que consistía en 70% de píceas, donde el resto estaba compuesto de abeto y una pequeña parte de pino. Estas muestras de TMP se recogieron en un molino de papel en Suiza. El molino utiliza 100% de agua dulce en su planta de TMP. La pulpa húmeda nueva fue tomada del “aceptor” del tamiz a una temperatura de 90°C, antes de la etapa de blanqueo. La TMP se dejó enfriar durante la noche hasta temperatura ambiente (t. a.). La TMP se filtró a través de un filtro de 2 µm de tamaño de poro (papel filtro, circular 602 EH). Se controló el filtrado bajo un microscopio de luz (Olympus AX-70) a fin de determinar la ausencia de fibras y fibrillas. Los experimentos de adsorción se efectuaron inmediatamente después de la filtración. El pH de los filtrados habitualmente se encontró entre 6,0 y 7,0, y se ajustó con hidróxido de sodio, 0,1 M, a pH 7,0-7,5.

30 Se efectuó una valoración de pH de la movilidad electroforética a fin de cuantificar la estabilidad coloidal de las gotas de resina de madera. Esta valoración se efectuó en un

aparato Malvern Zetasizer NS usando soluciones de ácido clorhídrico, 0,1 M, e hidróxido de sodio, 0,1 M. Además, la carga electroquímica total se determinó mediante la valoración del filtrado de TMP con poli-DADMAC [poli-(cloruro de alildimetil-amonio)], 0,0025 M, usando un detector de corriente (SCD, según su sigla en inglés) de Mütek (PDC-03). Asimismo, se cuantificó el contenido iónico mediante la cromatografía iónica en un cromatógrafo iónico Dionex DX 120.

Después de ajustar el pH, el filtrado de TMP se distribuyó en botellas de vidrio que contenían, cada una, 200 cm³ del filtrado de TMP. Se agregó la cantidad y el tipo deseados de mineral o bien como un polvo, o dispersado en agua. En la mayoría de los casos, la dosificación de mineral fue de 10 g/dm³, y en el caso del pico isotérmico, la dosificación mineral fue variada entre 2,5 y 50,0 g/dm³. Para todas las muestras en una fila de ensayo se agregó la misma cantidad de agua (habitualmente, 18 cm³). Las botellas estaban equipadas con una barra agitadora magnética, cerradas con una tapa hermética y agitadas en una agitadora magnética durante 2 horas. Luego de este tiempo, se extrajo la barra agitadora magnética, y las mezclas experimentales se centrifugaron (Jouan C 312, de IG Instruments) durante 15 minutos a 2600 g. Se recogieron dos fases; una fase de líquido superior y una fase que contenía mineral de sedimento inferior. La centrifugación del filtrado de TMP no tratado no mostró ningún sedimento. Sin embargo, la sedimentación de las dispersiones de mineral puro mostró, en algunos casos, burbujas de aire con partículas minerales atrapadas.

La fase líquida superior se analizó a fin de establecer la turbiedad, por medio de una sonda de turbiedad NOVASINA 155 modelo NTM-S. El tamaño de partícula se midió por medio de la espectroscopia de correlación fotónica, en un aparato Malvern Zetasizer NS, sin ningún otro tratamiento o dilución. Se midió la demanda de oxígeno química (COD) empleando un aparato Lange CSB LCK 014, que cubría un rango de 1000-10.000 mg/dm³ con una probeta LASA 1 / Plus. Se secaron 100 cm³ de la fase líquida en un recipiente de aluminio a 90°C durante 12 horas, y se pesó el residuo de manera de proporcionar un resultado para el residuo gravimétrico.

Las propiedades de las cuatro muestras de TMP se resumen en la siguiente Tabla 1. Los rangos presentados se basan en la desviación estándar de tres experimentos independientes.

Tabla 1.

	Filtrado de TMP 1	Filtrado de TMP 2	Filtrado de TMP 3	Filtrado de TMP 4
Turbiedad [NTU] ^[1]	349 ± 1	358 ± 1	393 ± 8	497
Demanda de oxígeno química [mg/dm ³]	3 644 ± 21	3 944 ± 27	3 140 ± 49	4 350 ± 40
Gravimetría [g/dm ³]	3,11 ± 0,0005	3,43 ± 0,005	2,84 ± 0,014	3,57
Carga electroquímica (SCD) [μEq/g]	- 2,3	- 1,3	- 1,1	- 0,3
pH	7,0	7,0	7,0	7,2
Conductividad [μS/cm]	926	1 500	1 140	1 200
Na ⁺ [mM]	9,5	12,9	9,1	9,2
K ⁺ [mM]	1,1	1,1	1,0	1,2
Ca ²⁺ [mM]	1,4	0,9	0,8	1,4
Mg ²⁺ [mM]	0,2	0,2	0,2	0,3
Cl ⁻ [mM]	n. d.	0,7	0,5	0,7
SO ₄ ²⁻ [mM]	n. d.	0,4	0,4	0,4

[1] NTU = unidad de turbiedad nefelométrica.

En un contexto de ensayo, se analizó además la fase líquida superior, a fin de determinar el contenido de extractos de madera y el contenido de carbohidratos. El contenido de extractos de madera se determinó mediante la extracción del filtrado de TMP con hidrocarburo (Saltsman *et al.*, 1959, *Estimation of tall oil in sulphate black liquor*, *Tappi*, 42 (11), 873). El análisis de GC-FID [cromatografía de gas-detector de ionización de llama, según su sigla en inglés] para la determinación de grupo en los extractos de madera se efectuó de acuerdo con el método de Örsa y Holmbom (Örsa *et al.*, 1994, A convenient method for the determination of wood extractives in papermaking process waters and effluents; *J. Pulp. Pap. Sci.*, 20 (12), 361). Las muestras se hidrolizaron con ácido sulfúrico, a 121°C en un autoclave de acuerdo con SCAN-CM 71: 09. Los monosacáridos solubilizados se cuantificaron usando una cromatografía iónica acoplada a un detector amperométrico pulsado (IC-PAD, según su sigla en inglés). El residuo insoluble en ácido se determinó en forma gravimétrica, y el residuo soluble en ácido (lignina) se midió con espectrofotometría de UV a 205 nm y se cuantificó usando un coeficiente de absorción de 110 dm³/(gcm).

Se analizó la fase que contenía mineral sedimentado inferior por medio del análisis termogravimétrico (TGA) en el aparato Mettler Toledo TGA/STDA 851^e. Las muestras se

calentaron de 20°C a 1000°C con un índice de calentamiento de 20°C/min. Se registró la pérdida de peso entre 200°C y 1000°C.

2. Minerales.

Se evaluaron diversos polvos minerales en este estudio. Por una parte, se usaron dos grados de talco finlandés, como referencias. Uno es talco comercial, Finntalc P05, de Mondo Minerals, y el otro grado de talco deriva de Finntalc P05 con la posterior trituración y delaminación para generar fineza, alta relación de aspecto y mejorada área de superficie específica. El talco Finntalc P05 será marcado como talco LSA (baja área de superficie, según su sigla en inglés), y la calidad delaminada será marcada como talco de alta área de superficie (HSA, según su sigla en inglés). Las áreas de superficie específicas y los tamaños de partícula de los diversos polvos minerales se informan en la siguiente Tabla 2.

Tabla 2.

Denominación	Abrev.	Tipo	Área de superficie específica [m ² /g]	d ₅₀ / μm (Sedigrap h 5120)	Movilidad electroforética / x 10 ⁻⁸ m ² /(Vs)
Finntalc P05	LSA-talco	Talco	8,7	2,4	-3,4
Finntalc P05 delaminado	HSA-talco	Talco	45,0	0,8	-3,9
Omyacarb 10	OMC-10	Carbonato de calcio	1,3	n. d.	n. d.
Omyacarb 1	OMC-1	Carbonato de calcio	3,9	1,5	-1,7
Omyacarb 1 triturado	HSA-GCC	Carbonato de calcio	10,2	0,6	n. d.

El área de superficie específica, el tamaño de partícula (d₅₀) y la movilidad electroforética se determinan en una solución de NaCl, 0,01 M, como medio para la suspensión de los minerales investigados.

Por otra parte, se evaluaron diversos grados de carbonato de calcio molido. Uno puede obtenerse en el mercado como Omyacarb 10 (OMC-10); otro, como Omyacarb 1 (OMC-1); y una tercera calidad fue producida a partir de OMC-1 por medio de la molienda libre de agentes químicos, a fin de obtener un carbonato de calcio molido de alta área de superficie (HSA-GCC) en comparación con OMC-1 y OMC-10, que son, ambos,

carbonatos de calcio molidos de baja área de superficie. Las muestras de carbonato de calcio molido fueron suministradas por Omya, y su origen era de Avenza, Italia.

El área de superficie específica se midió mediante la adsorción de nitrógeno en un instrumento Micromeritics Tristar sobre la base del modelo de adsorción BET de acuerdo con ISO 9277, usando nitrógeno, seguida del acondicionamiento de la muestra mediante el calentamiento a 250°C durante un período de 30 minutos. Antes de dichas mediciones, la muestra se filtra dentro de un embudo Büchner, se enjuaga con agua desionizada y se seca durante la noche a 90°C a 100°C en un horno. A continuación, la torta seca se muele por completo en un mortero, y el polvo resultante se coloca en un equilibrio de humedad a 130°C hasta alcanzar un peso constante.

Se midió la mediana en peso de diámetro de partícula hidrodinámico esférico equivalente (d_{50}) bajo sedimentación con un instrumento Micromeritics Sedigraph 5120. El método de sedimentación consistió en un análisis del comportamiento de sedimentación en un campo gravimétrico. El método y el instrumento son conocidos por el experto en la técnica, y se usan comúnmente para determinar el tamaño de grano de rellenos y pigmentos. La medición se llevó a cabo en una solución acuosa de 0,1% en peso de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$. Las muestras se dispersaron usando una agitadora de alta velocidad y supersónica.

3. Tratamiento de ácido esteárico.

El ácido esteárico fue un grado de alta pureza de Sigma Aldrich. Con el polvo de GCC se llenó la mezcladora MTI (Tipo M3/1.5), que se calentó hasta 80°C. El polvo se agitó durante un período de 2,5 min a 3000 r. p. m. Se agregó el ácido esteárico al polvo precalentado. La cantidad de ácido esteárico se calculó de acuerdo con la Ec. 1 como se define con anterioridad, a fin de derivar un producto con un factor de cobertura definido. La combinación se mezcló nuevamente durante 2,5 min a 3000 r. p. m. Se abrió la mezcladora, se mezcló el polvo en forma manual a fin de garantizar la distribución pareja en la mezcladora, y se cerró nuevamente durante otros 2,5 minutos de tiempo de mezcla a 3000 r. p. m. Durante todo el procedimiento, la temperatura de la mezcladora se mantuvo a 80°C.

Para el cálculo de la cobertura de superficie, se usó la Ec. 2 en la cual m_{SA} es la masa de ácido esteárico (SA, según su sigla en inglés) que debe agregarse para tratar 1 g de calcita, con una fracción de cobertura de superficie por ácido esteárico X_{SA} . Esta cobertura

se calcula con el área de superficie específica del mineral σ_M obtenida mediante la adsorción de nitrógeno, el peso molecular de ácido esteárico Mw_{SA} , la constante de Avogadro N_A y el área de superficie cubierta por una molécula de ácido esteárico A_{SA} que es de $0,26\text{ nm}^2$.

5

$$m_{SA} = \frac{\sigma_M \cdot Mw_{SA} \cdot X_{SA}}{A_{SA} \cdot N_A} \quad [2]$$

4. Ensayo de humectación semicuantitativo.

- 10 Se prepararon mezclas de agua y etanol en relaciones de volumen de 100:0, 90:10, 80:20, 70:30, 60:40, 50:50, 40:60, 30:70, 20:80, 10:90 y 0:100. Se colocaron 50 cm^3 de cada una de estas mezclas en un recipiente de 100 cm^3 . Se colocaron cuidadosamente alrededor de 0,5-1,0 g del polvo en cuestión, sobre la parte superior del líquido. Se cuantificó el comportamiento de humectación mediante el tiempo necesario para la humectación del
- 15 polvo, de acuerdo con el siguiente criterio:
- 0 → humectación inmediata del polvo (se hunde dentro de los 30 segundos).
 - 0,25 → dentro de los 5 minutos, se humedece todo el polvo.
 - 0,5 → después de 5 minutos, se humedece más del 50% del polvo.
 - 0,75 → después de 5 minutos, se humedece menos del 25% del polvo.
 - 20 1 → el polvo no se humedece dentro de los 5 minutos.

B. Resultados.

1. Cobertura de superficie con ácido esteárico y capacidad de adsorción de pez.

- Para la determinación del grado de cobertura de superficie con ácido esteárico y su
- 25 capacidad de adsorción de pez, se trataron varias muestras, a decir, OMC-10, OMC-1 y HSA-GCC, con ácido esteárico al 30% y al 60% (sobre la base del área de superficie), y se estudiaron a fin de detectar la influencia del grado de tratamiento de ácido esteárico y el área de superficie. Con propósitos de comparación, se evaluaron también carbonato de calcio molido no tratado y talco LSA.
- 30 El filtrado de TMP utilizado fue la muestra 1 (muestra tomada en noviembre de 2009), que se analizó como se describe anteriormente en la Tabla 1. Se halló que la movilidad

electroforética de las partículas en el filtrado de TMP 1 era de $-0,5 \times 10^{-8} \text{ m}^2/(\text{Vs})$. La EM [movilidad electroforética, según su sigla en inglés] permaneció constante dentro del rango de pH pertinente de 7-8.

Se halló que los productos de carbonato de calcio molido con 60% de la superficie cubierta con ácido esteárico no pudieron ser humectados por el filtrado de TMP, de manera de conducir a la espuma y a fases indefinidas luego de la centrifugación. Por lo tanto, no se obtuvieron resultados para estos productos. Aun con las muestras tratadas en superficie al 30%, la humectación representó un problema. Es interesante el hecho de que la humectación mejoró durante los experimentos, de modo de sugerir la adsorción de compuestos tensoactivos desde el filtrado de TMP.

La turbiedad del filtrado de TMP se redujo claramente como consecuencia de la adición de mineral (cf. Figura 1). Una mayor área de superficie específica (SSA, según su sigla en inglés) mejoró además la eficiencia de eliminación para el material coloidal. En el caso del carbonato de calcio molido cubierto en superficie al 30%, la turbiedad se redujo hasta el 77% del valor original de 349 NTU, con el OMC-10; hasta 41%, con el OMC-1; y hasta 21%, con el HSA-GCC. El tratamiento con ácido esteárico incrementó la eficiencia de la adsorción de pez coloidal. Tanto los productos de carbonato de calcio molido tratados en superficie como aquellos no tratados en superficie redujeron la turbiedad en forma aun más eficiente que el talco LSA, que solo proporcionó una reducción del 50%. La eficiencia observada, sin embargo, puede ser causada además por un proceso de aglomeración de las gotas de resina de madera. El tamaño de partícula anterior y posterior a la adsorción en la fase líquida, de hecho, disminuyó levemente.

Debido a que el análisis de tamaño en la fase líquida no incluyó aglomerados que se asentaran durante la centrifugación, fue además importante considerar otros análisis, como COD (cf. Figura 2) o TGA (cf. Figura 3). El análisis COD mostró una tendencia levemente diferente. Por otra parte, los valores para el OMC-10, al igual que tanto el HSA-GCC tratado con ácido graso como el HSA-GCC no tratado, no mostraron valores significativamente diferentes. La única diferencia se observó para el OMC-1, para el cual, opuestamente a la turbiedad, se observó que el carbonato de calcio molido no tratado era más eficiente. Una posible explicación para estas observaciones contrarias puede ser que las diferentes especies son adsorbidas por los polvos de carbonato de calcio molido tratado y no tratado. En el caso de los polvos de carbonato de calcio molido tratado, los

compuestos adsorbibles contribuyen más bien a la turbiedad, y en consecuencia, son de naturaleza coloidal, y en el caso del polvo de carbonato de calcio molido no tratado, la especie adsorbible es más bien de naturaleza disuelta, lo que contribuye preferencialmente a COD, en lugar de la turbiedad. Además, el polvo de talco muestra eficiencia muy similar a los polvos de carbonato de calcio molido. El análisis de la fase mineral luego del experimento de adsorción confirmó nuevamente el análisis de turbiedad. La cantidad adsorbida por la superficie mineral aumentó con el área de superficie específica. El carbonato de calcio molido parcialmente hidrofobizado adsorbió una cantidad levemente mayor de material que el carbonato de calcio molido natural, es decir, carbonato de calcio molido no hidrofobizado y no tratado en superficie. Tanto el carbonato de calcio molido hidrofobizado como el natural adsorbieron más material que talco.

Aun más, se ha hallado que el tratamiento con carbonato de calcio molido claramente aumentó el pH, de 7,0 a 7,8. Asimismo, la conductividad aumentó de 926 $\mu\text{S}/\text{cm}$ a 980 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Es crucial en los circuitos de agua de los molinos de papel la concentración iónica de calcio. Los iones de calcio pueden ser uno de los principales contribuyentes a la aglomeración de pez. La concentración aumentó de 1,45 mM a 1,90 mM. La adición de talco no tuvo efecto sobre la concentración iónica de calcio.

Por consiguiente, el tratamiento de la superficie del carbonato de calcio molido con ácido esteárico es beneficioso para la adsorción de pez, si bien el tratamiento excesivo de superficie con ácido esteárico puede causar problemas de humectación.

2. El grado de cobertura de superficie con ácido esteárico.

Se ensayó la optimización de la cantidad de tratamiento de superficie con ácido esteárico, entre 0 y 30% de cobertura de superficie X_{SA} . Se usó OMC-1 para esta optimización. Nuevamente, se utilizó el filtrado de TMP 1. La movilidad electroforética (EM) de las partículas en el filtrado de TMP original fue de $-0,8 \times 10^{-8} \text{ m}^2/(\text{Vs})$, y no se observó cambio drástico de la EM dentro del rango de pH pertinente (7-8), para este estudio.

Ya durante el ensayo, se observó que con una mayor cobertura de superficie con ácido esteárico, la inmersión del polvo en el filtrado de TMP fue más difícil, y en consecuencia, se formó una capa espumosa. Esta fase indefinida afectó claramente la medición de turbiedad (cf. Figura 4). Se obtuvo un punto óptimo en la reducción de turbiedad a 15% de cobertura de superficie. A partir de las mediciones de COD y gravimetría, se pudo distinguir entre los diferentes grados de tratamiento. La medición termogravimétrica (cf.

Figura 5) además mostró que la dosificación óptima era de alrededor de 15%. Finalmente, el ensayo de hidrofobicidad semicuantitativo (cf. Figura 6) expuso que la muestra con alrededor del 15% de cobertura de superficie tenía una hidrofobicidad comparable con aquella del talco.

5

3. Pico isotérmico de adsorción.

Para estudios posteriores, se usó el producto OMC-1, con un área de superficie específica de 3,9 m²/g y una cobertura de superficie con ácido esteárico de alrededor del 15%.

10 A fin de cuantificar el efecto del tratamiento con ácido esteárico, se registraron los picos isotérmicos de adsorción para un OMC-1 no tratado y un OMC-1 con aproximadamente 15% de cobertura de superficie con ácido esteárico. A modo de comparación, se incluyó también el talco de alta área de superficie (talco HSA). El pico isotérmico se registró a 24°C. Para este trabajo, se usó el filtrado de TMP 3 de manera de proporcionar una

15 movilidad electroforética de las partículas de $-0,8 \times 10^{-8} \text{ m}^2/(\text{Vs})$. Dentro del rango de pH pertinente de 7-8, la EM solo cambió levemente. Los análisis del filtrado de TMP antes de los experimentos de adsorción se muestran en la Tabla 1 anterior.

Un pico isotérmico de adsorción presenta la carga en la fase mineral en equilibrio ($\Gamma_{\text{eq}}^{\text{turb}}$) en comparación con la concentración de equilibrio en la fase líquida ($c_{\text{eq}}^{\text{turb}}$), según lo

20 determinado por la turbiedad; es decir, en este caso, la turbiedad fue el parámetro que contenía la información acerca de la concentración de equilibrio de coloides. La carga de la especie que causa “turbiedad” en el mineral se calculó con la siguiente Ec. 3, mediante la sustracción de la concentración en equilibrio en la fase líquida ($c_{\text{eq}}^{\text{turb}}$) de la turbiedad inicial antes de la adsorción (c_0^{turb}).

25

$$\Gamma_{\text{eq}}^{\text{turb}} = \frac{c_0^{\text{turb}} - c_{\text{eq}}^{\text{turb}}}{m_{\text{M}}} \quad [3]$$

El isoterma de adsorción de Langmuir se proporciona mediante la Ec. 4 a continuación. Γ es la carga de adsorbato en el adsorbente (mineral) en equilibrio. c_{eq} es la concentración

30 en volumen del adsorbato en equilibrio. La constante de Langmuir (K_L) indica que el polvo de carbonato de calcio molido no tratado tiene una afinidad superior ($0,025 \text{ (NTU)}^{-1}$) para

el material coloidal, que el parcialmente hidrofobizado (0,013 (NTU)⁻¹) (cf. Tabla 3). El grado de talco HSA tuvo la menor afinidad (0,007 (NTU)⁻¹) con el menor valor de K_L . La máxima carga (Γ_{max}) aumenta del polvo no tratado (25 NTU/g) al OMC-1 tratado (37 NTU/g), como puede observarse en la siguiente Tabla 3 y en la Figura 7.

5

$$\Gamma = \frac{c_{eq} \cdot K_L \cdot \Gamma_{max}}{1 + c_{eq} \cdot K_L} \qquad [4]$$

Tabla 3.

Mineral	Parámetro	Límites 95% confianza		
No tratado	K_L [(NTU) ⁻¹]	0,025	0,019	0,032
	Γ_{max} [NTU/g]	24,9	23,0	26,0
Tratado	K_L [(NTU) ⁻¹]	0,013	0,009	0,018
	Γ_{max} [NTU/g]	37,1	32,9	41,4
Talco	K_L [(NTU) ⁻¹]	0,007	0,003	0,011
HSA	Γ_{max} [NTU/g]	212,4	127,0	252,2

Los parámetros de pico isotérmico de adsorción se basan en una adaptación de cuadrados mínimos no lineal (NLLS, según su sigla en inglés) a la ecuación de Langmuir (Ec. 4) efectuada por TableCurve® 2D.

10

Las diferencias entre los parámetros adaptados K_L y Γ_{max} son significativos. Como consecuencia de la alta área de superficie específica del talco HSA (45 m²/g), la máxima carga de partículas coloidales en el talco (212 NTU/g) fue proporcionalmente mayor, en relación con el área de superficie específica del OMC-1, que solo tiene alrededor de 4 m²/g.

15

4. Análisis químico.

Para el análisis químico y los ensayos de aglomeración, se recogió el filtrado de TMP 4 que tenía una movilidad electroforética de las partículas al pH original de 7,2 de -0,6 x 10⁻⁸ m²/(Vs). Nuevamente, la EM fue estable en el rango de pH pertinente de 7-8. Las propiedades del filtrado de TMP 4 se citan en la Tabla 1 anterior.

20

A fin de cubrir las regiones pertinentes de los picos isotérmicos de adsorción, se agregaron diferentes cantidades de mineral al filtrado de TMP. En el caso del talco HSA, se proporcionó una dosificación de talco de 0,4 g/dm³ de modo de representar la región donde las sustancias disueltas y coloidales se presentan en exceso, y una dosificación de

25

talco de 4 g/dm³, de manera de representar la región donde la superficie del talco está disponible en exceso. Debido a que el área de superficie específica de los polvos de carbonato de calcio molido es mucho menor (cf. Tabla 2 anterior), la adición de mineral aumentó a 8 y 40 g/dm³.

- 5 El contenido de extractos de éter de petróleo del filtrado de TMP 4 fue de 142 mg/dm³, como se representa en la siguiente Tabla 4 y en la Figura 8. La Tabla 4 además resumen el contenido de carbohidrato, contenido soluble en ácido (lignina) y contenido insoluble en ácido del filtrado de TMP 4, como se describe adicionalmente a continuación.

10

Tabla 4.

Tipo	Cantidad/mg/dm ³
<u>Extractos</u>	
Ácidos grasos	9,1
Ácidos de resina	32
Lignanós	3,5
Esteroles	2,9
Esteril ésteres	26
Triglicéridos	63
Desconocidos	<u>5,1</u>
Total:	<u>142</u>
Carbohidratos	1052
Solubles en ácido (Lignina)	527
Insolubles en ácido	<u>403</u>
Total:	<u>1 982</u>

El contenido de extractos de éter de petróleo del filtrado de TMP 4 es de alrededor del 4% del material total en el filtrado de TMP. Los principales constituyentes de los extractos
15 fueron triglicéridos (44%, triacilglicéridos), seguidos de ácidos de resina (23%) y esteril ésteres (18%). Los ácidos grasos libres (6%), lignanos (2%) y esteroles (2%) fueron más bien una fracción menor. El 5% restante es de origen desconocido. Como puede observarse en la Figura 5, la adición de 0,4 g/dm³ de talco HSA redujo el contenido de extractos a 120 mg/dm³, y la adición de 4 g/dm³ logró un contenido de extractos de 32
20 mg/dm³. La relación de los grupos de extractos, en ambos casos, no fue afectada (cf. Figura 9). La dosificación de 8 g/dm³ de OMC-1 redujo el contenido de extractos a 107 mg/dm³ y 40 g/dm³ a 28 mg/dm³, respectivamente. La relación de los grupos de extractos no fue afectada para la baja dosificación de mineral, si bien fue fuertemente afectada para

la alta dosificación mineral. Se observó una panorama similar para el OMC-1 hidrofobizado (OMC-1 “tratado”). La menor dosificación mineral condujo a una cantidad residual de extractos de 73 mg/dm³, y la mayor dosificación mineral, a 23 mg/dm³, respectivamente.

Asimismo, se analizó además la parte soluble en agua del filtrado de TMP. Este análisis se divide en tres fracciones: i) carbohidratos, ii) solubles en ácido (ligninas) y iii) insolubles en ácido (resina de madera, sales, etc.). En este sentido, solo la lignina en la fracción soluble en ácido tiene su absorción máxima a 280 nm en la espectroscopia de UV. En consecuencia, midiendo el espectro de UV puede determinarse la lignina soluble contenida en la fracción soluble en ácido. El filtrado de TMP original 4 contiene 1052 mg/dm³ de carbohidratos, 527 mg/dm³ de solubles en ácido (lignina) y 403 mg/dm³ de materiales insolubles en ácido (cf. Figura 10, Tabla 4). El contenido de carbohidratos durante el tratamiento del talco se redujo solo levemente (1034 mg/dm³) para la dosificación de talco bajo, si bien se observó una gran reducción en el contenido de carbohidratos, para la dosificación de talco alto (696 mg/dm³). El OMC-1 no tratado adsorbió solo una fracción muy pequeña de los carbohidratos. Se midieron 1024 mg/dm³, para la dosificación baja, y 952 mg/dm³, para la dosificación alta de OMC-1, respectivamente. Además, el OMC-1 hidrofobizado adsorbió una cantidad muy pequeña. Para ambas dosificaciones de minerales, el contenido de carbohidratos fue de alrededor de 980 mg/dm³. En el caso de la fracción soluble en ácido (lignina), la reducción después del tratamiento mineral fue de < 3%, excepto el talco HSA, con 4 g/dm³. En este caso, el contenido de lignina restante fue de 396 mg/dm³. La fracción insoluble en ácido, finalmente, varió de manera proporcional a la reducción de extractos.

El pH de las muestras aumentó como consecuencia de la naturaleza alcalina de los polvos minerales. El pH para las dosificaciones minerales menores fue entre 7,3 y 7,6, y para las dosificaciones mayores, entre 7,7 y 7,8.

Las relaciones calculadas entre el material disuelto y coloidal en el filtrado de TMP 4 antes y después de la adsorción se proporcionan en la siguiente Tabla 5.

Tabla 5.

	Relación disuelto/coloidal
Talco HSA 0,4 g/dm ³	1,3
Talco HSA 4 g/dm ³	4,4
OMC-1 8 g/dm ³	1,0
OMC-1 40 g/dm ³	1,1
OMC1 "Tratado" 8 g/dm ³	1,4
OMC1 "Tratado" 40 g/dm ³	0,8

Las relaciones de la cantidad de extractos y la cantidad de carbohidratos más lignina soluble en ácido se calculan de manera similar a la Ec. 2. Puede observarse en la Tabla 5 que, en el caso de la alta dosificación de talco (exceso de superficie de talco), la relación de sustancias coloidales disueltas cambia claramente hacia la fracción disuelta (4,4). Una posible explicación podría ser que las gotas de pez se adsorben junto con su capa de carbohidrato estabilizante (baja dosificación de mineral), para lograr, de este modo, una relación constante. Después de haber eliminado la mayor parte de la fracción coloidal (alta dosificación de mineral), el talco adsorbe además materiales disueltos como carbohidratos, ligninas y constituyentes de resina de madera disueltos (ácidos de resina, etc.), mientras que el carbonato de calcio molido no adsorbe material de la fracción disuelta. Asimismo, los picos isotérmicos de adsorción para las sustancias coloidales en forma de la constante de Langmuir K_L mostraron estas preferencias de adsorción diferentes. El talco mostró la menor afinidad para la fracción coloidal, y el GCC no tratado, la mayor afinidad. Es interesante el hecho de que la afinidad del GCC hidrofobizado se encontró en el medio.

Otra observación es que, a altas dosificaciones de carbonato de calcio molido, se halló una cantidad sustancial de ácidos de resina en la fase acuosa. Una posible explicación podría ser que los ácidos de resina se disolvieron durante el experimento de adsorción. Es bien sabido que se disuelven alrededor de 20-30 mg/dm³ en el rango de pH de 7 a 8. El pH después de los experimentos de adsorción se midió en 7,8, para las altas dosificaciones de mineral. Debido a que el pH antes del procedimiento de extracción es acidificado, los ácidos de resina se tornarán insolubles nuevamente, y se medirán como una parte de los extractos.

Por consiguiente, la reducción eficaz de material coloidal, es decir, pez, de la muestra es favorecida por el carbonato de calcio molido hidrofobizado, mientras que la recolección de fracciones de carbohidratos disueltos es favorecida por el talco.

En consecuencia, en especial, el carbonato de calcio molido hidrofobizado ha demostrado
5 adsorber rápidamente especies de pez en el entorno de fabricación de papel. El talco
típico para el control de pez parece tener insuficiente área de superficie para manejar
todos los probables constituyentes contenidos en una pulpa. El carbonato de calcio molido
hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado o sus combinaciones
con talco proporcionan posibilidades para tratamientos de sistemas de aguas sinérgicos,
10 como para pez de madera de TMP.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel, donde el proceso comprende las siguientes etapas:
5 a) la provisión de un medio acuoso que comprende pez generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel;
 b) la provisión de un carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado;
 c) la provisión de un agente hidrofobizante seleccionado de un ácido carboxílico alifático
10 que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono;
 d) el contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) con el agente hidrofobizante de la etapa c), para la obtención de un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado; y
 e) el contacto del medio acuoso provisto en la etapa a) con el carbonato de calcio molido
15 hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d).
2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, donde la fuente de carbonato de calcio molido (GCC) se selecciona de mármol, creta, calcita, dolomita, caliza y sus mezclas, y/o el carbonato de calcio precipitado (PCC) se selecciona de una o más de las formas cristalinas mineralógicas aragonítica, vaterítica y calcítica.
- 20 3. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado se presenta en forma de un polvo o en forma de una suspensión.
4. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio
25 precipitado tienen un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 0,1 a 50 μm , preferentemente, de 0,1 a 25 μm , más preferentemente, de 0,1 a 15 μm , y más preferentemente, de 0,5 a 5 μm , medido de acuerdo con el método de sedimentación.
5. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio
30 precipitado tienen un área de superficie específica de 0,5 m^2/g a 25 m^2/g ,

preferentemente, de 0,5 m²/g a 15 m²/g, y más preferentemente, de 1 m²/g a 11 m²/g, medido usando nitrógeno y el método BET.

6. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido pentanoico, ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido undecanoico, ácido láurico, ácido tridecanoico, ácido mirístico, ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido heptadecanoico, ácido esteárico, ácido nonadecanoico, ácido araquídico, ácido heneicosílico, ácido behénico, ácido tricosílico, ácido lignocérico y sus mezclas; preferentemente, el agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido octanoico, ácido decanoico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido araquídico y sus mezclas; y más preferentemente, el agente hidrofobizante se selecciona del grupo que consiste en ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico y sus mezclas.

7. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el agente hidrofobizante comprende una mezcla de dos ácidos carboxílicos alifáticos que tienen entre 5 y 24 átomos de carbono, con la condición de que un ácido carboxílico alifático sea ácido esteárico.

8. El proceso de acuerdo con la reivindicación 7, donde un ácido carboxílico alifático es ácido esteárico, y el otro se selecciona del grupo que consiste en ácido octanoico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido araquídico, ácido behénico y ácido lignocérico.

9. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la etapa d) se lleva a cabo por medio de la mezcla del carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado con el agente hidrofobizante.

10. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la etapa d) se caracteriza porque tanto el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) como el agente hidrofobizante de la etapa c) se proporcionan en el estado seco o en un solvente.

11. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, donde la etapa d) se caracteriza porque o bien el carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) o el agente hidrofobizante de la etapa c) se proporcionan en un solvente.

12. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la etapa d) se lleva a cabo a temperatura elevada de modo que el agente hidrofobizante se presenta en el estado líquido o fundido.

13. El proceso de acuerdo con la reivindicación 12, donde la etapa d) se lleva a cabo a una temperatura de por lo menos 50°C, preferentemente, de por lo menos 75°C, más preferentemente, de entre 50°C y 120°C, y más preferentemente, de entre 70°C y 100°C.

14. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde menos del 20% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o del carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d) está cubierto por un revestimiento que consiste en el agente hidrofobizante y sus productos de reacción.

15. El proceso de acuerdo con la reivindicación 14, donde entre el 10% y el 19% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o del carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d) está cubierto por un revestimiento que consiste en el agente hidrofobizante y sus productos de reacción, preferentemente, entre el 13% y el 17% del área de superficie específica.

16. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el medio acuoso por tratar se pone en contacto con 0,05 a 20% en peso, preferentemente, con 0,5 a 10% en peso, y más preferentemente, con 0,1 a 5% en peso del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado, sobre la base del peso total del medio acuoso.

17. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d) se usan en forma de polvo, en forma de gránulos, o en forma de suspensión.

18. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el pH del medio acuoso que contiene pez se ajusta hasta un valor de > 6 , más preferentemente, $> 6,5$, y aun más preferentemente, > 7 , antes de la adición del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o del carbonato de calcio precipitado hidrofobizado.

19. El proceso de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el medio acuoso que contiene pez se selecciona del grupo que comprende pulpa mecánica,

por ejemplo, madera molida, TMP (pulpa termomecánica), o pulpa quimiatermomecánica (CTMP), al igual que pulpa química, por ejemplo, pulpa kraft o pulpa de sulfato, o pulpa reciclada, utilizada en el proceso de fabricación de papel.

20. Un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado
5 hidrofobizado, donde entre el 10% y el 19% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido y/o del carbonato de calcio precipitado está cubierta por un a revestimiento que consiste en un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono y sus productos de reacción.

21. El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado
10 hidrofobizado donde entre el 10% y el 19% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido y/o del carbonato de calcio precipitado está cubierta por un revestimiento que consiste en ácido esteárico y sus productos de reacción.

22. El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado
15 hidrofobizado de acuerdo con la reivindicación 20 o 21, donde entre el 13% y el 17% del área de superficie específica del carbonato de calcio molido y/o del carbonato de calcio precipitado está cubierta por un revestimiento que consiste en un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono y sus productos de reacción, preferentemente, por un revestimiento que consiste en ácido esteárico y sus productos de reacción.

23. El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado
20 hidrofobizado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 20 a 22, donde la fuente de carbonato de calcio molido (GCC) se selecciona de mármol, creta, calcita, dolomita, caliza y sus mezclas, y/o el carbonato de calcio precipitado (PCC) se selecciona de una o más de las formas cristalinas mineralógicas aragonítica, vaterítica y calcítica.

24. El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado
25 hidrofobizado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 20 a 23, donde las partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un valor de mediana en peso de diámetro de partícula d_{50} de 0,1 a 50 μm , preferentemente, de 0,1 a 25 μm , más preferentemente, de 0,1 a 15 μm , y más preferentemente, de 0,5 a 5 μm , medido de acuerdo con el método de sedimentación.

30 25. El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 20 a 24, donde las

partículas de carbonato de calcio molido y/o las partículas de carbonato de calcio precipitado tienen un área de superficie específica de $0,5 \text{ m}^2/\text{g}$ a $25 \text{ m}^2/\text{g}$, preferentemente, de $0,5 \text{ m}^2/\text{g}$ a $15 \text{ m}^2/\text{g}$, y más preferentemente, $1 \text{ m}^2/\text{g}$ a $11 \text{ m}^2/\text{g}$, medido usando nitrógeno y el método BET.

- 5 26. El carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 20 a 25, donde el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado se presenta en forma de polvo, en forma de gránulos o en forma de suspensión.
- 10 27. Uso del carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o del carbonato de calcio precipitado hidrofobizado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 20 a 26, para la reducción de la cantidad de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o de fabricación de papel.
- 15 28. Un compuesto que comprende el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 20 a 26 y pez.

		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES EXTRACTO PARA PUBLICACIÓN SOLICITUD DE PATENTE DE INVENCION PCT	
(21) No. de solicitud:		(51) Int Cl: D21C 9/08	
(22) Fecha de solicitud: 27-12-13		(71) Solicitante(s): OMYA INTERNATIONAL AG	
(30) Prioridad	(31) No. Prioridad 11173471.1 61/508,730	(32) Fecha 11-07-11 18-07-11	(33) País EP US
		(72) Inventor(es): GANTENBEIN, Daniel; SCHOELKOPF, Joachim y GANE, Patrick A. C.	
		(74) Apoderado: ALICIA LLOREDA RICAURTE	
(85)	Fecha límite inicio fase nacional: 11-02-14	(87) Publicación internacional	
(86)	Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT	Fecha: 17-01-13	
	Fecha de presentación de la solicitud: 10-07-12	No. publicación: WO 2013/007717 A1	
	No. de solicitud: PCT/EP2012/063461		
(54) Título: “PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CALCIO HIDROFOBIZADAS”			

Resumen - Reivindicación(es):

Resumen.-

La presente invención se refiere a un proceso para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel, donde el proceso comprende las siguientes etapas: a) la provisión de un medio acuoso que comprende pez generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel; b) la provisión de un carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado; c) la provisión de un agente hidrofobizante seleccionado de un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono; d) el contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) con el agente hidrofobizante de la etapa c), para la obtención de un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado; y e) el contacto del medio acuoso provisto en la etapa a) con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d); al uso de un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado para la reducción de la cantidad de pez en un medio acuoso; al igual que a un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado; y un compuesto de carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado y pez.

Sector: Industria Química, proceso para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel, empleando carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado.

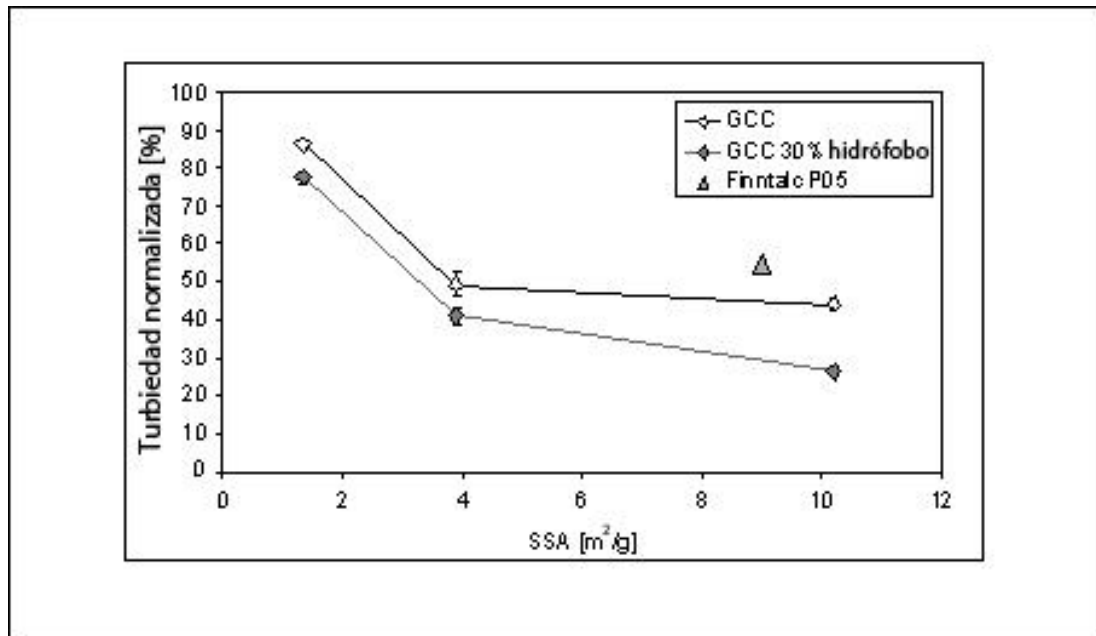
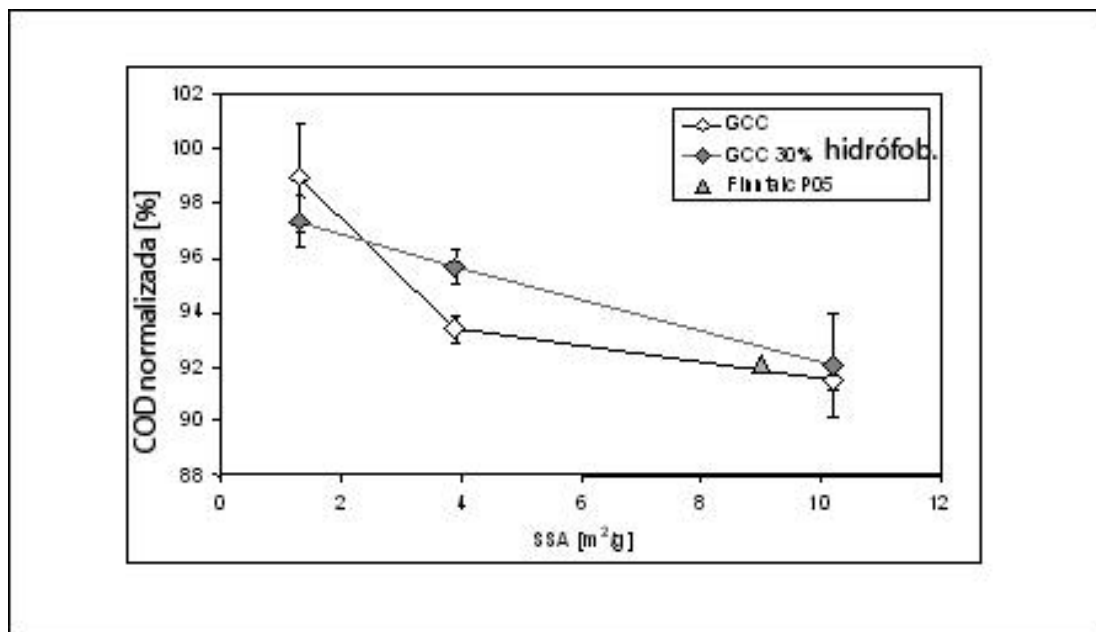
FIGURA 1**FIGURA 2**

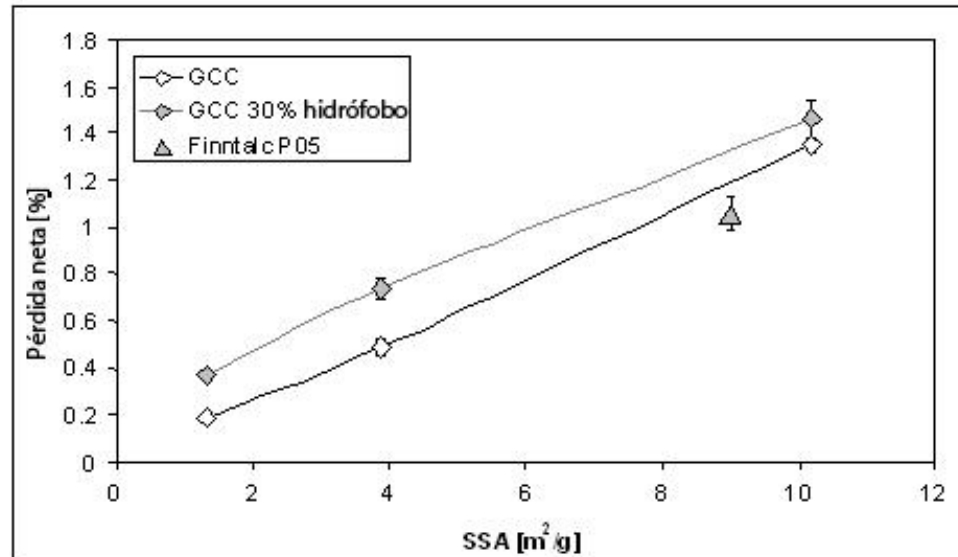
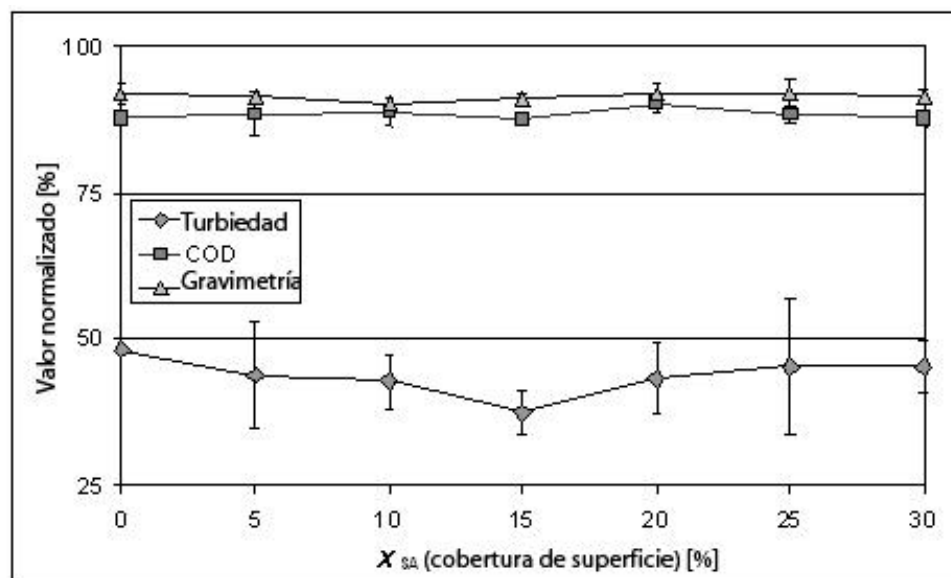
FIGURA 3**FIGURA 4**

FIGURA 5

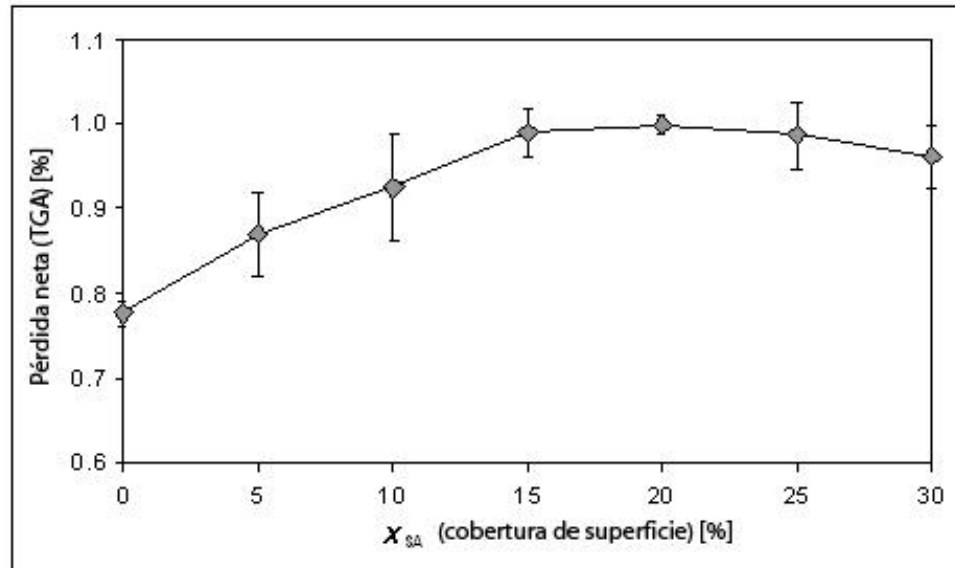


FIGURA 6

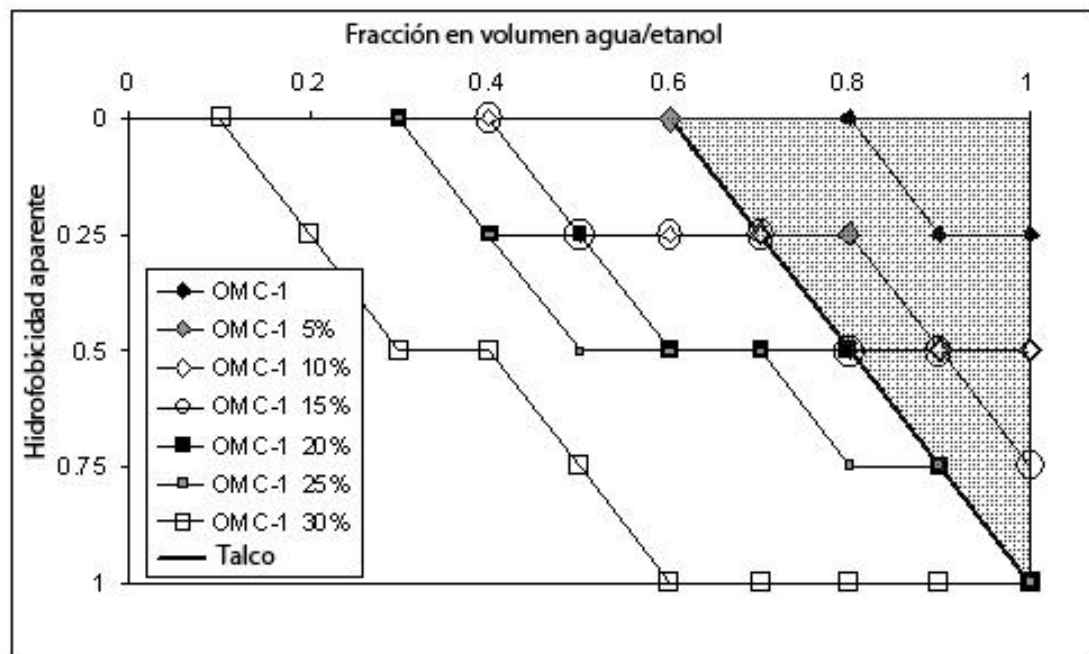


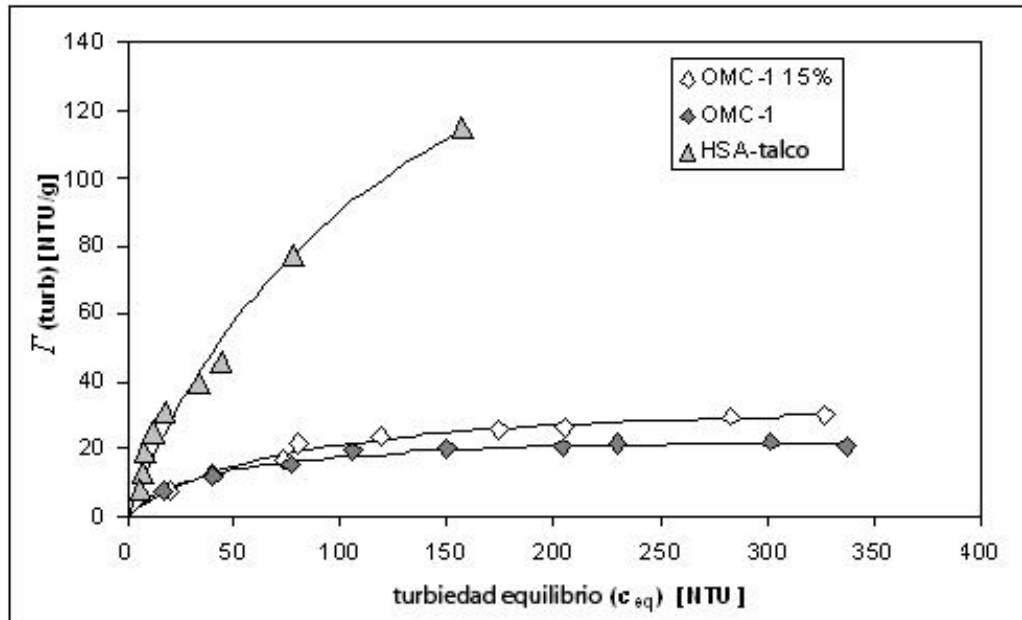
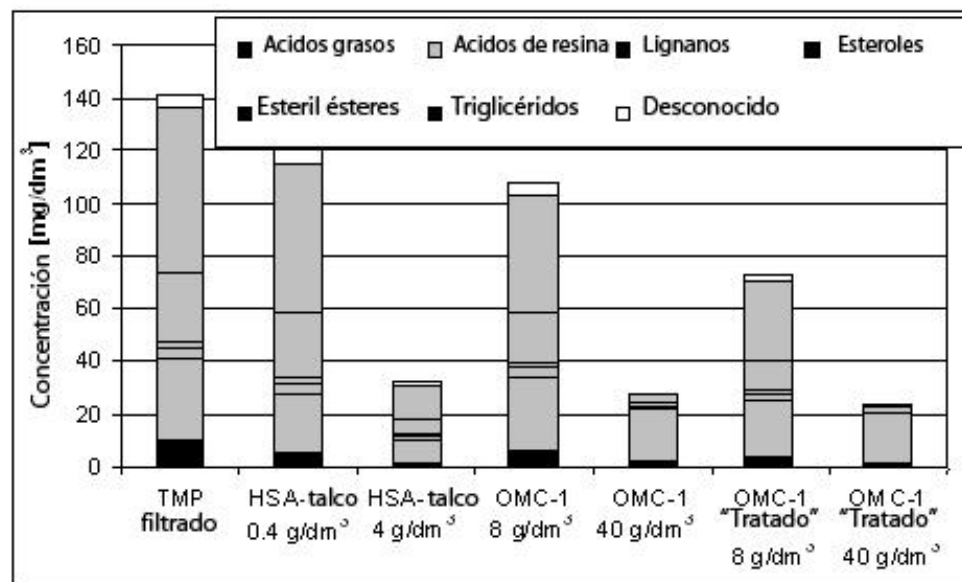
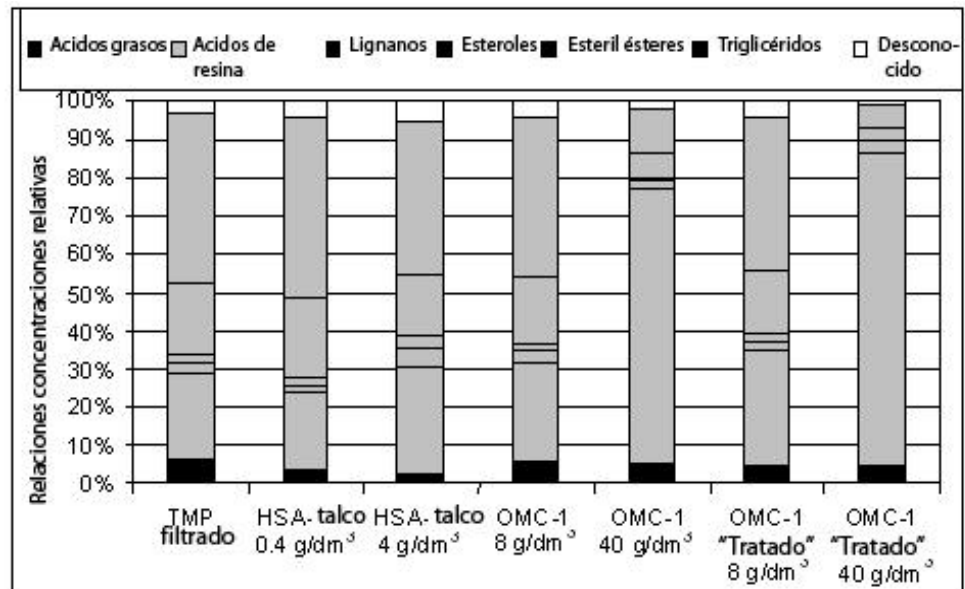
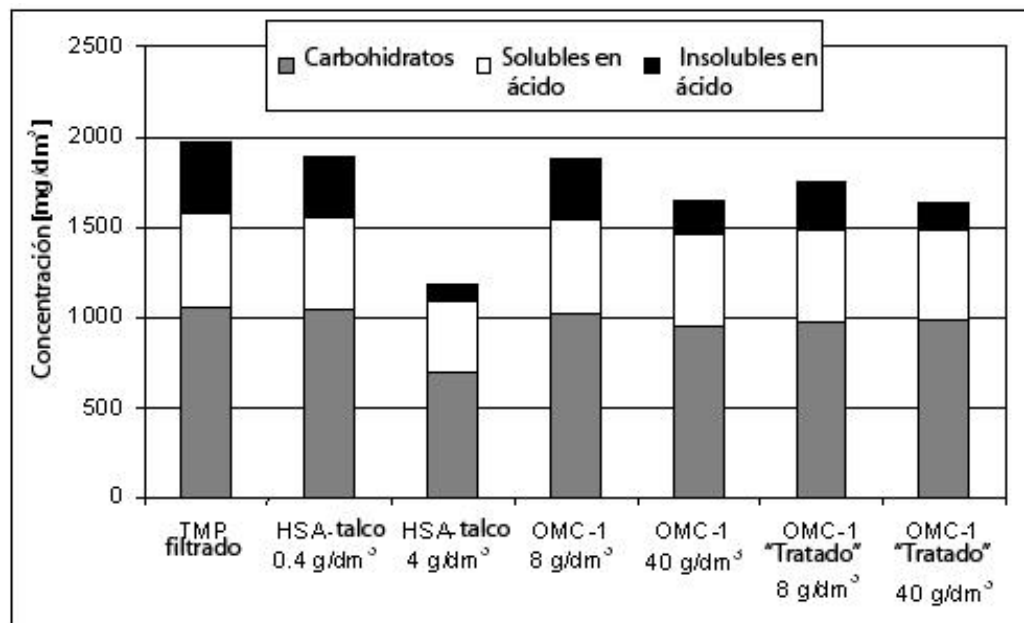
FIGURA 7**FIGURA 8**

FIGURA 9**FIGURA 10**

ADVANCE E-MAIL

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCTNOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

GLAS, Holger
Maiwald Patentanwalts GmbH
Elisenhof
Elisenstraße 3
80335 München
ALLEMAGNE

Date of mailing (day/month/year) 24 September 2013 (24.09.2013)	IMPORTANT NOTIFICATION
Applicant's or agent's file reference O 8477 / HG	
International application No. PCT/EP2012/063461	International filing date (day/month/year) 10 July 2012 (10.07.2012)

1. The following indications appeared on record concerning:		
☒ the applicant	☐ the inventor	☐ the agent
☐ the common representative		
Name and Address OMYA DEVELOPMENT AG Baslerstrasse 42 CH-4665 Oftringen Switzerland	State of Nationality CH	State of Residence CH
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address	
2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:		
☐ the person	☒ the name	☐ the address
☐ the nationality		
☐ the residence		
Name and Address OMYA INTERNATIONAL AG Baslerstrasse 42 CH-4665 Oftringen Switzerland	State of Nationality CH	State of Residence CH
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	
3. Further observations, if necessary:		
4. A copy of this notification has been sent to:		
☒ the receiving Office	☐ the International Preliminary Examining Authority	
☐ the International Searching Authority	☒ the designated Offices concerned	
☐ the Authority(ies) specified for supplementary search	☐ the elected Offices concerned	
	☐ other:	

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Blanc Veronique e-mail pt05.pct@wipo.int Telephone No. +41 22 338 74 05
Facsimile No. +41 22 338 82 70	

ANEXO

El documento que acredita la calidad de REPRESENTANTES LEGALES en Bogotá de los doctores **ALICIA LLOREDA y/o GUSTAVO TAMAYO y/o ANA MARIA CASTRO WEY y/o ENRIQUE ALVAREZ** para TODOS LOS ASUNTOS RELACIONADOS CON LA PROPIEDAD INDUSTRIAL de la sociedad peticionaria, que faculta a cada uno de dichos abogados para actuar individualmente, se está presentando con esta solicitud. En consecuencia, ruego a usted reconocer la personería de cada uno de dichos Representantes Legales para actuar dentro del presente expediente, a fin de que cualquiera de ellos pueda intervenir en cualquier tiempo respecto de la solicitud en él contenida.



ALICIA LLOREDA RICAURTE

T.P. No. 53.215

Los abajo firmados,

OMYA INTERNATIONAL AG; una compañía organizada y existente bajo las leyes de Suiza.

con domicilio en

Baslerstrasse 42, CH-4665 Oftringen, Suiza.

nombramos por el presente a ALICIA LLOREDA y/o GUSTAVO TAMAYO y/o ANA MARIA CASTRO y/o ENRIQUE ALVAREZ, domiciliados en Bogotá, Colombia, con oficinas en dicha ciudad, Calle 72 No. 5-83, piso 6o., nuestros representantes legales y verdaderos en Bogotá, con facultades para recibir notificaciones y nombrar apoderados judiciales o extrajudiciales, con el fin de dar cumplimiento al parágrafo 1o. del artículo 543 del decreto 410 de 1971.

Los doctores ALICIA LLOREDA y/o GUSTAVO TAMAYO y/o ANA MARIA CASTRO y/o ENRIQUE ALVAREZ, o los apoderados que cualquiera de ellos designe, quedan especialmente facultados para representarnos ante las autoridades colombianas, administrativas, judiciales o de policía, en todos los trámites relativos a la propiedad industrial, a cuyo efecto les facultamos para dar ante dichas autoridades todos los pasos necesarios al objeto indicado; elevar solicitudes, declaraciones, reclamos, recursos y presentar desistimientos; formular descripciones, enmiendas, limitar el alcance de las solicitudes, presentar oposiciones y apelaciones; instaurar cancelaciones, renunciar total o parcialmente a los registros, abonar todos los impuestos y cuotas y efectuar todo otro pago determinado por la ley; recibir todos los documentos y valores, dando el descargo respectivo; llenar cualesquiera otros requisitos y tomar, en fin, todas las medidas que creyeran conducentes al resguardo de nuestros intereses; y en caso de producirse oposición, pasando los antecedentes a los tribunales, quedan facultados para tomar intervención como demandantes o demandados ante los jueces que sean competentes, pudiendo transar, someter a árbitros, desistir, percibir y apelar, con todas las demás facultades que resulten necesarias, y por el presente declaramos desde ahora válido y bueno cuanto dichos representantes y/o los apoderados que cualquiera de ellos nombre hicieren en nuestro beneficio.

Asimismo, facultamos a los doctores ALICIA LLOREDA y/o GUSTAVO TAMAYO y/o ANA MARIA CASTRO y/o ENRIQUE ALVAREZ, para solicitar en la Oficina de Propiedad Industrial la protocolización de este documento y de cualquier poder que cualquiera de ellos otorgue a nombre nuestro.

Dado y firmado,

Oftringen, July 22, 2013

The undersigned,

OMYA INTERNATIONAL AG; a company organized and existing under the laws of Switzerland.

domiciled at

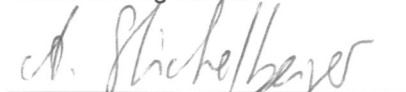
Baslerstrasse 42, CH-4665 Oftringen, Switzerland.

hereby appoint, ALICIA LLOREDA and/or GUSTAVO TAMAYO and/or ANA MARIA CASTRO and/or ENRIQUE ALVAREZ, of Bogota, Colombia, with offices in said town, Calle 72 No. 5-83, Sixth Floor, our true and legal representatives in Bogotá, with power to receive notifications and to appoint judicial or extrajudicial agents, so as to comply with paragraph 1o. of article 543 of decree 410 of 1971.

Doctors ALICIA LLOREDA and/or GUSTAVO TAMAYO and/or ANA MARIA CASTRO and/or ENRIQUE ALVAREZ, or the agents by any one of them appointed, are especially empowered to represent us before the administrative, judicial or police authorities of Colombia, in all proceedings pertaining to industrial property, for which purpose we authorize them to take before the said authorities all the necessary steps for the said end; to file petitions, declarations, claims, recourses and withdrawals, to draw up specifications; to file amendments, to limit the scope of applications, file oppositions; file cancellations total or partially waive registrations, to pay all installments and effect all other payments prescribed by law; to receive proper receipts, to comply with all other requirements and, in short, to take all those measures which they may deem fit for the protection of our interests; and in case of opposition, where the proceedings be passed over to the courts, we authorize said agents to act on our behalf, as complainants as well as defendants, before the competent judges, with full powers to make arrangements, to submit to arbitrators, to desist, to collect, to appeal and, in short, with all such further powers as may be required, and we hereby declare from now on as valid and good all that said representatives and/or the agents by any one of them appointed may do for our benefit.

We also authorize doctors ALICIA LLOREDA and/or GUSTAVO TAMAYO and/or ANA MARIA CASTRO and/or ENRIQUE ALVAREZ, to apply for protocolization of this document and of any power of attorney by any one of them conferred in our name, before the Office of Industrial Property.

Given and signed this



Mr. Albert Stichelberger
Intellectual Property Officer



Nicole Russ
European Patent Attorney



(51) International Patent Classification:

D21C 9/08 (2006.01) D21H 21/02 (2006.01)

(21) International Application Number:

PCT/EP2012/063461

(22) International Filing Date:

10 July 2012 (10.07.2012)

(25) Filing Language:

English

(26) Publication Language:

English

(30) Priority Data:

11173471.1	11 July 2011 (11.07.2011)	EP
61/508,730	18 July 2011 (18.07.2011)	US

(71) Applicant (for all designated States except US): **OMYA DEVELOPMENT AG** [CH/CH]; Baslerstrasse 42, CH-4665 Oftringen (CH).

(72) Inventors; and

(75) Inventors/Applicants (for US only): **GANTENBEIN, Daniel** [CH/CH]; Vogesenstrasse 27, CH-4056 Basel (CH). **SCHOELKOPF, Joachim** [DE/CH]; Buechbühlstrasse 3, CH-8956 Killwangen (CH). **GANE, Patrick A. C.** [GB/CH]; Studenweg 8, CH-4852 Rothrist (CH).

(74) Agent: **GLAS, Holger**; Maiwald Patentanwalts GmbH, Elisenhof, Elisenstraße 3, 80335 München (DE).

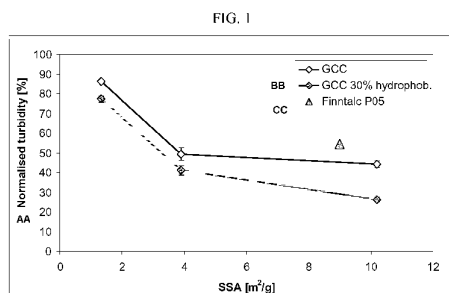
(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Published:

— with international search report (Art. 21(3))

(54) Title: HYDROPHOBISED CALCIUM CARBONATE PARTICLES



(57) Abstract: The present invention relates to a process for the reduction of pitch in an aqueous medium generated in a papermaking or pulping process, comprising the following steps: a) providing an aqueous medium comprising pitch generated in a papermaking or pulping process; b) providing a ground calcium carbonate and/or a precipitated calcium carbonate; c) providing a hydrophobising agent selected from an aliphatic carboxylic acid having between 5 and 24 carbon atoms; d) contacting the ground calcium carbonate and/or the precipitated calcium carbonate of step b) with the hydrophobising agent of step c) for obtaining a hydrophobised ground calcium carbonate and/or a hydrophobised precipitated calcium carbonate; and e) contacting the aqueous medium provided in step a) with the hydrophobised ground calcium carbonate and/or the hydrophobised precipitated calcium carbonate obtained in step d), to the use of a hydrophobised ground calcium carbonate and/or a hydrophobised ground calcium carbonate for reducing the amount of pitch in an aqueous medium as well as to a hydrophobised ground calcium carbonate and/or a hydrophobised ground calcium carbonate and a composite of hydrophobised ground calcium carbonate and/or hydrophobised ground calcium carbonate and pitch.

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

(PCT Article 18 and Rules 43 and 44)

Applicant's or agent's file reference O 8477 / HG	FOR FURTHER ACTION see Form PCT/ISA/220 as well as, where applicable, item 5 below.	
International application No. PCT/EP2012/063461	International filing date (<i>day/month/year</i>) 10/07/2012	(Earliest) Priority Date (<i>day/month/year</i>) 11/07/2011
Applicant OMYA DEVELOPMENT AG		

This international search report has been prepared by this International Searching Authority and is transmitted to the applicant according to Article 18. A copy is being transmitted to the International Bureau.

This international search report consists of a total of 5 sheets.

☒ It is also accompanied by a copy of each prior art document cited in this report.

1. Basis of the report

a. With regard to the **language**, the international search was carried out on the basis of:

- ☒ the international application in the language in which it was filed
☐ a translation of the international application into _____, which is the language of a translation furnished for the purposes of international search (Rules 12.3(a) and 23.1(b))

b. ☐ This international search report has been established taking into account the **rectification of an obvious mistake** authorized by or notified to this Authority under Rule 91 (Rule 43.6**bis**(a)).

c. ☐ With regard to any **nucleotide and/or amino acid sequence** disclosed in the international application, see Box No. I.

2. ☐ **Certain claims were found unsearchable** (See Box No. II)

3. ☐ **Unity of invention is lacking** (see Box No. III)

4. With regard to the **title**,

- ☒ the text is approved as submitted by the applicant
☐ the text has been established by this Authority to read as follows:

5. With regard to the **abstract**,

- ☒ the text is approved as submitted by the applicant
☐ the text has been established, according to Rule 38.2, by this Authority as it appears in Box No. IV. The applicant may, within one month from the date of mailing of this international search report, submit comments to this Authority

6. With regard to the **drawings**,

- a. the figure of the **drawings** to be published with the abstract is Figure No. 1
☐ as suggested by the applicant
☒ as selected by this Authority, because the applicant failed to suggest a figure
☐ as selected by this Authority, because this figure better characterizes the invention
b. ☐ none of the figures is to be published with the abstract

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2012/063461

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. D21C9/08 D21H21/02
ADD.

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
D21C D21H

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2008/087396 A1 (DENG YULIN [US] ET AL) 17 April 2008 (2008-04-17) claims 1-23; examples 1-6	20
X	US 5 411 639 A (KURRLE FREDERICK L [US]) 2 May 1995 (1995-05-02) claims 1-20	20
X	EP 1 314 763 A2 (MINERALS TECH INC [US]) 28 May 2003 (2003-05-28) claims 1-36	20
A	EP 1 975 310 A1 (OMYA DEVELOPMENT AG [CH]) 1 October 2008 (2008-10-01) the whole document	1-28
	----- -/-	



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

1 August 2012

Date of mailing of the international search report

08/08/2012

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Karlsson, Lennart

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2012/063461

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2003/096143 A1 (LASMARIAS VICENTE [US] ET AL) 22 May 2003 (2003-05-22) the whole document -----	1-28
A	EP 0 358 996 A2 (QUAKER CHEM CORP [US]) 21 March 1990 (1990-03-21) the whole document -----	1-28
A	WO 2008/013875 A2 (HERCULES INC [US]) 31 January 2008 (2008-01-31) the whole document -----	1-28

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/063461

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2008087396	A1	17-04-2008	NONE
US 5411639	A	02-05-1995	US 5411639 A 02-05-1995
		US 5514212	A 07-05-1996
EP 1314763	A2	28-05-2003	AT 298359 T 15-07-2005
		AU 684760	B2 08-01-1998
		AU 6401694	A 26-09-1994
		BR 9405998	A 19-12-1995
		CA 2158029	A1 15-09-1994
		DE 69434409	D1 28-07-2005
		DE 69434409	T2 29-06-2006
		DK 688348	T3 11-07-2005
		EP 0688348	A1 27-12-1995
		EP 1314763	A2 28-05-2003
		ES 2243927	T3 01-12-2005
		FI 954249	A 09-11-1995
		JP 3424931	B2 07-07-2003
		JP H08507837	A 20-08-1996
		NO 953582	A 17-10-1995
		NZ 263362	A 28-05-1996
		PL 310626	A1 27-12-1995
		PT 688348	E 31-10-2005
		US 5380361	A 10-01-1995
		US 5527430	A 18-06-1996
		WO 9420576	A1 15-09-1994
EP 1975310	A1	01-10-2008	AR 067203 A1 07-10-2009
		AT 539194	T 15-01-2012
		AU 2008228252	A1 25-09-2008
		CA 2679354	A1 25-09-2008
		CN 101627160	A 13-01-2010
		CO 6220865	A2 19-11-2010
		EP 1975310	A1 01-10-2008
		EP 2137350	A1 30-12-2009
		ES 2382211	T3 06-06-2012
		JP 2010521595	A 24-06-2010
		KR 20090125146	A 03-12-2009
		PT 1975310	E 10-04-2012
		RU 2009138751	A 27-04-2011
		SI 1975310	T1 29-06-2012
		US 2010051216	A1 04-03-2010
		US 2011209841	A1 01-09-2011
		UY 30967	A1 31-10-2008
		WO 2008113839	A1 25-09-2008
US 2003096143	A1	22-05-2003	NONE
EP 0358996	A2	21-03-1990	AU 640904 B2 09-09-1993
		AU 4315989	A 02-04-1990
		BR 8907656	A 30-07-1991
		CA 1328546	C 19-04-1994
		EP 0358996	A2 21-03-1990
		JP H04500703	A 06-02-1992
		MX 171319	B 18-10-1993
		US 4950361	A 21-08-1990
		WO 9002837	A1 22-03-1990

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2012/063461

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 2008013875 A2	31-01-2008	AU 2007277202 A1	31-01-2008
		CA 2658112 A1	31-01-2008
		CN 101542043 A	23-09-2009
		EP 2044263 A2	08-04-2009
		NZ 574310 A	25-05-2012
		US 2008029231 A1	07-02-2008
		WO 2008013875 A2	31-01-2008

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES TARJETA ARCHIVO TEMÁTICO PATENTE DE INVENCION ____ PCT <u>X</u> MODELO DE UTILIDAD ____ DISEÑO INDUSTRIAL ____	
(21) No. de solicitud: (51) Clasificación Internacional: D21C 9/08		(22) Fecha de solicitud: 27-12-13	
(71) Solicitante(s): OMYA INTERNATIONAL AG			
(72) Inventor(es): GANTENBEIN, Daniel; SCHOELKOPF, Joachim y GANE, Patrick A. C.			
(74) Apoderado: ALICIA LLOREDA RICAURTE			
(30) Prioridad	(31) No. Prioridad 11173471.1 61/508,730	(32) Fecha 11-07-11 18-07-11	(33) País EP US
(85) Fecha límite inicio fase nacional: 11-02-14 (86) Datos relativos a la presentación de la solíc. PCT Fecha de presentación de la solicitud: 10-07-12 No. de solicitud: PCT/EP2012/063461		(87) Publicación internacional: Fecha: 17-01-13 No. Publicación: WO 2013/007717 A1	
(54) Título: PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CALCIO HIDROFOBIZADAS.			
(57) Resumen - Reivindicación(es): Resumen.- La presente invención se refiere a un proceso para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel, donde el proceso comprende las siguientes etapas: a) la provisión de un medio acuoso que comprende pez generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel; b) la provisión de un carbonato de calcio molido y/o un carbonato de calcio precipitado; c) la provisión de un agente hidrofobizante seleccionado de un ácido carboxílico alifático que tiene entre 5 y 24 átomos de carbono; d) el contacto del carbonato de calcio molido y/o el carbonato de calcio precipitado de la etapa b) con el agente hidrofobizante de la etapa c), para la obtención de un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado; y e) el contacto del medio acuoso provisto en la etapa a) con el carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o el carbonato de calcio precipitado hidrofobizado obtenidos en la etapa d); al uso de un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado para la reducción de la cantidad de pez en un medio acuoso; al igual que a un carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado; y un compuesto de carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o carbonato de calcio precipitado hidrofobizado y pez. Sector: Industria Química, proceso para la reducción de pez en un medio acuoso generado en un proceso de formación de pulpa o fabricación de papel, empleando carbonato de calcio molido hidrofobizado y/o un carbonato de calcio precipitado hidrofobizado.			

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA		SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES TARJETA ARCHIVO PROPIETARIOS PATENTE DE INVENCION ____ PCT <u>X</u> MODELO DE UTILIDAD ____ DISEÑO INDUSTRIAL ____	
(21) No. de solicitud: (51) Clasificación Internacional: D21C 9/08		(22) Fecha de solicitud: 27-12-13	
(71) Solicitante(s): OMYA INTERNATIONAL AG			
(72) Inventor (es): GANTENBEIN, Daniel; SCHOELKOPF, Joachim y GANE, Patrick A. C.			
(74) Apoderado: ALICIA LLOREDA RICAURTE			
(30) Prioridad	(31) No. Prioridad 11173471.1 61/508,730	(32) Fecha 11-07-11 18-07-11	(33) País EP US
(85) Fecha límite inicio fase nacional: 11-02-14 (86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT Fecha de presentación de la solicitud: 10-07-12 No. de solicitud: PCT/EP2012/063461		(87) Publicación internacional Fecha: 17-01-13 No. publicación: WO 2013/007717 A1	
(54) Título: PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CALCIO HIDROFOBIZADAS.			

TRADUCCION OFICIAL No. 2013-12-20-745
DE UN DOCUMENTO ESCRITO EN INGLES

Expediente No. 68219/198

TRASPASO DE INVENCION

En consideración del pago por parte del CESIONARIO a los CEDENTES de una contraprestación buena y valiosa, el recibo de la cual se reconoce por el presente,

CEDENTES:

- | | | |
|-------|-------------------------------|--|
| (1) | Nombre Completo del Inventor: | Daniel Gantenbein |
| | Residencia: | Vogesenstrasse 27, 4056 Basilea, Suiza |
| | Ciudadanía: | Suiza |
| <hr/> | | |
| (2) | Nombre Completo del Inventor: | Joachim Schölkopf |
| | Residencia: | Buechbühlstrasse 3, 8956 Killwangen, Suiza |
| | Ciudadanía: | Alemana |
| <hr/> | | |
| (3) | Nombre Completo del Inventor: | Patrick A.C. Gane |
| | Residencia: | Studenweg 8, 4852 Rothrist, Suiza |
| | Ciudadanía: | Británica |

por el presente vendemos, traspasamos y transferimos al CESIONARIO:

Omya Development AG
Baslerstrasse 42
CH-4665 Oftringen
Suiza

y a los sucesores, cesionarios y representantes legales del CESIONARIO todo el derecho, título e interés para los Estados Unidos y sus posesiones territoriales y en todos los países y regiones extranjeras, incluyendo todos los derechos para reivindicar prioridad, en y de la invención llamada:

PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CALCIO HIDROFOBIZADAS

que fue inventada por los CEDENTES y la cual se encuentra en la Solicitud Provisional de los EE.UU. No. 61/508.730, presentada el 18 de julio de 2011, y cualquier equivalente legal de la

misma en cualquier país o región extranjera, incluyendo el derecho a reivindicar prioridad, incluyendo cualquiera y todas las mejoras reveladas en el presente, y en y para todas las Patentes de Invención que se obtengan para dicha invención por la solicitud anteriormente mencionada o cualquiera continuación, divisional, renovación o sustituto de la misma, y en cuanto a Patente de Invención cualquier reexpedición o re-examen de la misma.

Los CEDENTES por el presente convienen que ningún traspaso, venta, acuerdo o gravamen ha sido, o se hará, o se celebrará que entre en conflicto con este Traspaso.

Los CEDENTES autorizan al CESIONARIO para hacer solicitudes para, y a recibir, Patente de Invención para dicha invención en cualquiera de dichos países o regiones, en nombre del CESIONARIO, o en nombre de los CEDENTES, a elección del CEDENTE.

Los CEDENTES convienen y acuerdan ejecutar o procurar cualquier aseguramiento adicional necesario del título a dicha invención y, cualquier Patente de Invención que pueda expedirse por lo tanto y, en cualquier momento, a solicitud y a expensas del CESIONARIO, entregar cualquier testimonio en cualquier interferencia, litigio o procedimiento relacionado con ello, y ejecutar todos los documentos que sean necesarios o deseables para perfeccionar el título a dicha invención, o cualquier Patente de Invención que pudiese otorgarse por lo tanto al CESIONARIO, sus sucesores, cesionarios u otros representantes legales, y a, en cualquier momento, a solicitud y a expensas del CESIONARIO ejecutar cualquier continuación, continuación en parte, divisional, renovación o sustituto de la misma, y en cuanto a Patentes de Invención, cualquier reemisión o re-examen de la misma, o cualquier solicitud adicional de Patente de Invención para dicha invención o cualquier parte de la misma, en cualquiera de dichos países o regiones, todas las solicitudes y cualquier Patente de Invención que se expida sobre ella por el presente se traspasa al CESIONARIO, hará todos los juramentos o declaraciones legítimas, y hará todos los actos legales requeridos para procurar las mismas, sin compensación adicional, pero a expensas del CESIONARIO, sus sucesores, cesionarios u otros representantes legales.

Los CEDENTES autorizan y le solicitan al Comisionado de Patentes que expida cualquiera y toda Patente de Invención de los Estados Unidos para dicha invención, que resulte de la solicitud anteriormente mencionada, a Omya Development AG, como su CESIONARIO.

TESTIFICAN nuestras firmas y sellos:

(firma: ilegible)

24 / 08 / 2011

Daniel Gantenbein

Fecha

(firma: ilegible)

24 / 08 / 2011

Joachim Schölkopf

Fecha

(firma: ilegible)

26 / 08 / 2010

Patrick A.C. Gane

Fecha

Traducido según mi mejor saber y entender, este día 20 de diciembre de 2013, en la ciudad de Bogotá, D.C., por Anita Escobar de Tamayo, Traductora Oficial, Res. 2177 de 1989, Ministerio de Justicia, República de Colombia.

TRADUCTORA OFICIAL
RES. 2177/89 MINJUSTICIA



ANITA ESCOBAR DE TAMAYO

ASSIGNMENT OF INVENTION

In consideration of the payment by ASSIGNEE to ASSIGNORS of good and valuable consideration, the receipt of which is hereby acknowledged,

ASSIGNORS:

- (1) Full Name of Inventor: Daniel Gantenbein
Residence: Vogesenstrasse 27, 4056 Basel, Switzerland
Citizenship: Swiss
-
- (2) Full Name of Inventor: Joachim Schölkopf
Residence: Buechbühlstrasse 3, 8956 Killwangen, Switzerland
Citizenship: German
-
- (3) Full Name of Inventor: Patrick A.C. Gane
Residence: Studenweg 8, 4852 Rothrist, Switzerland
Citizenship: British
-

hereby sell, assign, and transfer to ASSIGNEE:

Omya Development AG
Baslerstrasse 42
CH-4665 Oftringen
Switzerland

and the successors, assigns, and legal representatives of the ASSIGNEE, the entire right, title, and interest for the United States and its territorial possessions, and in all foreign countries and regions, including all rights to claim priority, in and to the invention entitled:

HYDROPHOBISED CALCIUM CARBONATE PARTICLES

that was invented by ASSIGNORS, and which is found in U.S. Provisional Application No. 61/508,730, filed July 18, 2011, and any legal equivalent thereof in any foreign country or region, including the right to claim priority, including any and all improvements disclosed therein, and in and to all Letters Patent to be obtained for said invention by the above

application, or any continuation, divisional, renewal, or substitute thereof, and, as to Letters Patent, any reissue or re-examination thereof.

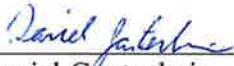
ASSIGNORS hereby covenant that no assignment, sale, agreement, or encumbrance has been, or will be, made or entered into which would conflict with this Assignment.

ASSIGNORS authorize ASSIGNEE to make applications for, and to receive, Letters Patent for said invention in any of said countries or regions, in ASSIGNEE'S name, or in ASSIGNORS' names, at ASSIGNEE'S election.

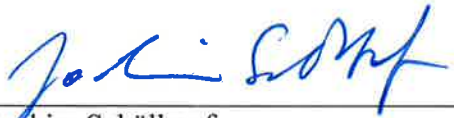
ASSIGNORS covenant and agree to execute or procure any further necessary assurance of the title to said invention, and any Letters Patent which may issue therefor, and to, at any time, upon the request and at the expense of ASSIGNEE, deliver any testimony in any interference, litigation, or proceeding related thereto, and to execute all papers that may be necessary or desirable to perfect the title to said invention, or any Letters Patent which may be granted therefor in ASSIGNEE, its successors, assigns, or other legal representatives, and to, at any time, upon the request and at the expense of ASSIGNEE, execute any continuation, continuation-in-part, divisional, renewal, or substitute thereof, and, as to Letters Patent, any reissue or re-examination thereof, or any other additional applications for Letters Patent for said invention or any part thereof, in any of said countries or regions, all of which applications and any Letters Patent issuing thereon are hereby assigned to ASSIGNEE, will make all rightful oaths or declarations, and do all lawful acts requisite for procuring the same therein, without further compensation, but at the expense of ASSIGNEE, its successors, assigns, or other legal representatives.

ASSIGNORS authorize and request the Commissioner of Patents to issue any and all Letters Patent of the United States for said invention, resulting from the aforesaid application, to said Omya Development AG, as its ASSIGNEE.

WITNESS our hands and seals on:


Daniel Gantenbein

24. 8. 2011
Date


Joachim Schölkopf

24. 08. 2011
Date


Patrick A.C. Gane

26/08/2011
Date