(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 806 029**

(51) Int. CI.:

B01J 20/14 (2006.01)
B01J 20/28 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2014 PCT/US2014/067873**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **18.06.2015 WO15088800**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2014 E 14870575 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.05.2020 EP 3079807**

(54) Título: **Producto de tierra de diatomáceas**

(30) Prioridad:

10.12.2013 US 201361914196 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.02.2021

(73) Titular/es:

IMERYS FILTRATION MINERALS, INC. (100.0%)
1732 North First Street Suite 450
San Jose, CA 95112, US

(72) Inventor/es:

TANIGUCHI, JEFFREY, D.

(74) Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Producto de tierra de diatomáceas

Esta divulgación se refiere a un producto biogénico de sílice obtenido partido de tierra de diatomáceas y procedimientos para la preparación de productos biogénicos de sílice. Más particularmente, esta divulgación se refiere a un producto biogénico de sílice, que puede portar la distintiva estructura porosa e intrincada de sílice, única de la tierra de diatomáceas y que puede tener un elevado contenido de sílice (es decir dióxido de silicio, SiO_2) y/o baja densidad de peso suelto, dando como resultado un elevado volumen específico de sílice (SSV). La presente divulgación se refiere también a productos modificados, purificados biogénicos de sílice, que pueden tener contenido excepcionalmente bajo de metales solubles y/o extremo brillo.

Antecedentes

La presente divulgación se refiere a productos de tierra de diatomáceas, que pueden retener la estructura intrincada y porosa única de la tierra de diatomáceas (es decir, que tienen una estructura de sílice diatomácea intrincada y porosa), y/o puede tener una combinación única de propiedades químicas y físicas deseables (tales como, por ejemplo, elevada pureza, baja densidad, bajo contenido de impureza soluble, bajo contenido de impureza total, y/o elevado brillo).

Los productos de tierra de diatomáceas pueden ser usados en una amplia variedad de aplicaciones, incluyendo, pero sin limitarse a, aplicaciones de separación, adsorción, soporte, y relleno funcional. Por lo menos algunos productos de acuerdo con la presente divulgación pueden exhibir la estructura intrincada y porosa única de sílice de diatomita y/o excepcional pureza, y pueden permitir una efectividad aumentada de manera importante, en muchas de estas aplicaciones. Los productos de tierra de diatomáceas pueden ser obtenidos a partir de tierra de diatomáceas (también conocidos como "tierra de infusorios"), que es un sedimento enriquecido en sílice biogénica (es decir, sílice producida o provocada por organismos vivos) en la forma de las frústulas silíceas (es decir, conchas o esqueletos) de diatomeas. Las diatomeas incluyen un arreglo diverso de algas marrón dorado, microscópicas, de célula individual de la clase de las *Bacillariophyceae*, que poseen un esqueleto silíceo decorado (es decir, una frústula) de estructura variada e intrincada que incluye dos valvas que, en la diatomea viva, ajustan conjuntamente de manera muy similar a las partes de un pastillero. La morfología de las frústulas varía ampliamente entre las especies y sirve como la base para la clasificación taxonómica; se conocen más de 2,000 especies diferentes. La superficie de cada valva se caracteriza por una serie de aberturas que incluye la estructura compleja fina de la frústula y e imparte un diseño que es distintivo de las especies individuales. El tamaño de las frústulas típicas varía de 0.75 a 1,000 micrómetros (micrones), aunque la mayoría está en el intervalo de 10 a 150 micrones. Cuando se preservan en ciertas condiciones (por ejemplo, condiciones que mantienen el equilibrio químico), éstas frústulas son suficientemente durables para retener la mayoría de su estructura porosa e intrincada virtualmente intacta, a través de largos periodos de tiempo geológico.

La composición química fundamental y la estructura porosa e intrincada de la frústula de diatomea puede suministrar tierra de diatomáceas con valor comercial único y versatilidad inigualada por otras formas naturales de sílice, en ciertas aplicaciones; por ejemplo, aplicaciones de filtración y como relleno. la estructura de partículas finas del esqueleto de diatomea imparte baja densidad y elevada área superficial, así como elevadas porosidad y permeabilidad. Los productos de tierra de diatomáceas pueden ser procesados o manufacturados mediante una variedad de procedimientos y a partir de numerosas fuentes, ofreciendo diversidad en las características físicas y químicas.

Por ejemplo, en el campo de la filtración, los procedimientos de separación de partículas de los fluidos pueden emplear como ayudas de filtración, productos de tierra de diatomáceas. La estructura intrincada y porosa única de la sílice de diatomita puede ser particularmente efectiva en el atrapamiento físico de partículas en los procesos de filtración. Por ejemplo, pueden usarse productos de tierra de diatomáceas para mejorar la claridad de fluidos que contienen partículas o material en partículas suspendidos, o que tienen turbidez.

Los productos de tierra de diatomáceas pueden ser aplicados a un septum para mejorar la claridad y aumentar la tasa de flujo en procesos de filtración, por ejemplo, en un paso denominado algunas veces como "recubrimiento previo". Los productos de tierra de diatomáceas pueden ser añadidos frecuentemente directamente a un fluido, a medida que este es filtrado, para reducir la carga de partículas indeseables en el septum, mientras se mantiene una tasa de flujo líquido diseñada, en un paso denominado frecuentemente como "alimentación de cuerpo". Dependiendo de la separación de partículas involucrada, los productos de tierra de diatomáceas pueden ser usados en el recubrimiento previo y/o alimentación de cuerpo.

En algunas aplicaciones de filtración, pueden mezclarse conjuntamente diferentes productos de tierra de diatomáceas, para modificar adicionalmente o mejorar el proceso de filtración. También, algunas veces los productos de tierra de diatomáceas pueden combinarse con otras sustancias. En algunos casos, estas

combinaciones pueden involucrar mezclas simples, por ejemplo, con celulosa, carbón activado, arcilla u otros materiales. En otros casos, estas combinaciones son materiales compuestos en los cuales los productos de diatomita pueden ser compuestos íntimamente con otros ingredientes para hacer láminas, paletas o cartuchos. Pueden usarse modificaciones todavía más elaboradas de cualquiera de algunos productos de tierra de diatomáceas para filtración o separación, involucrando, por ejemplo, tratamiento superficial y la adición de sustancias químicas a productos de tierra de diatomáceas, mezclas, o sus materiales compuestos.

En ciertas circunstancias, los productos de tierra de diatomáceas pueden exhibir durante la filtración también propiedades únicas de adsorción, que pueden aumentar de manera importante la clarificación o purificación de un fluido. Estas propiedades de adsorción pueden ser altamente específicas, y pueden depender de fuerzas débiles para la atracción de las especies adsorbidas hacia cargas eléctricas débiles en la superficie de tierra de diatomáceas, o de la reactividad de grupos funcionales silanol (es decir, ≡Si-OH) que ocurren frecuentemente en la superficie de diatomita. Por ejemplo, un grupo silanol ionizado (es decir, ≡Si-OH) puede reaccionar con un ion hidronio (es decir, H_3O^+) aportado por una sustancia ácida en solución, por ejemplo, ácido cítrico (es decir, $C_6H_8O_7$), adsorbiendo el H^+ donado, en la superficie del proceso.

La estructura porosa e intrincada de sílice, única de los productos de tierra de diatomáceas puede permitir también su uso comercial, para suministrar propiedades antibloqueo a los polímeros. Los productos de tierra de diatomáceas pueden ser usados frecuentemente para alterar la apariencia o propiedades de pinturas, esmaltes, barnices y recubrimientos y acabados relacionados. Adicionalmente a su uso en medios de filtro de papel o que portan celulosa, productos de tierra de diatomáceas, pueden ser usados comercialmente en aplicaciones de procesamiento de papel, y pueden ser esenciales para el procesamiento de ciertos catalizadores comerciales. Los productos de tierra de diatomáceas pueden ser usados también como soportes cromatográficos, y pueden ser particularmente adecuados para, por ejemplo, métodos de cromatografía gas-líquido.

Independientemente de la forma en la cual se usan los productos de tierra de diatomáceas en la separación de partículas de los fluidos, el producto de tierra de diatomáceas hace contacto con el fluido desde el cual se retiran las partículas. Como ingredientes en polímeros, plásticos, pinturas, recubrimientos, y/u otras formulaciones, los productos de tierra de diatomáceas pueden entrar en contacto también con la mayoría de los otros ingredientes de la formulación. Por esta razón, en el producto de tierra de diatomáceas pueden ser propiedades altamente deseables sílice de elevada pureza y baja solubilidad de impurezas. Adicionalmente, la eficiencia y utilidad de un producto de tierra de diatomáceas usado como ayuda de filtración, puede relacionarse también con su densidad cuando está en contacto con el fluido, durante las operaciones de filtración. En algunos casos, es altamente deseable un producto de tierra de diatomáceas que tiene una baja densidad. El documento US 2001/0023233 A1 se refiere a un producto de sílice biogénico altamente purificado, obtenido de diatomita, y a métodos de preparación. El documento WO 2010/042614 A1 se refiere a procesos para la preparación de tierra de diatomáceas, que comprenden el uso de aglomeración y tratamiento con calor. Imerys Diatomita México, "Celite STM", Technical Data Sheet, 9 de enero de 2012, XP 055340678 describe un material de diatomita para uso como ayuda de filtración. Advanced Minerals Corporation: "Comparing Conventional Diatomite and Celpure R Filter Aids", Technical Note AMC02 versión 3.5, 12 de septiembre de 2002, XP002992399 resume las diferencias de pureza y desempeño de filtración entre ayudas de filtración de diatomita Celpure y diatomita convencional. "Celite FilterCel M", 1 de enero de 2009, XP055294788 describe una ayuda de filtración de tierra de diatomáceas calcinada. Vulcascot: "Celite Hyflo Supercel mex, Technical Data Sheet, 31 de mayo de 2011, XP 055294685 describe una ayuda de filtración de tierra de diatomáceas calcinada en flujo.

Los productos de tierra de diatomáceas altamente purificados pueden ser deseables para numerosas aplicaciones. Dado que la efectividad de las diatomitas en sus aplicaciones puede estar relacionada generalmente con la presencia de la estructura porosa e intrincada de la sílice única de las diatomitas, en combinación con sílice de elevada pureza, los productos de tierra de diatomáceas purificados/procesados pueden ofrecer características distintivas.

Resumen

La presente invención está definida en y por las reivindicaciones anexas. De acuerdo con un primer aspecto, un producto de tierra de diatomáceas incluye tierra de diatomáceas que tiene una densidad de peso suelto inferior a aproximadamente 14 libras por pie cúbico (lb/pie^3) (224 kg/m^3), y una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio que varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%. Por ejemplo, la densidad de peso suelto puede variar de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 10 lb/pie^3 (160kg/m^3), o de aproximadamente 11 lb/pie^3 (176 kg/m^3) a menos de aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3). La relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%, por ejemplo de aproximadamente 150% a aproximadamente 300%, de aproximadamente 150% a aproximadamente 250%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 325%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 300%, o de aproximadamente 175% a aproximadamente 275%.

El producto de tierra de diatomáceas puede tener un área superficial BET que varía de aproximadamente 0.5 metro cuadrado por gramo (m^2/g) a aproximadamente 20 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 2 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g, o de aproximadamente 3 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g.

Las partículas del producto de tierra de diatomáceas puede tener un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 270 de EEUU (53 micrones). Por ejemplo, las partículas del producto de tierra de diatomáceas pueden tener un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 200 de EEUU (74 micrones), de aproximadamente criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) a aproximadamente criba de malla 140 de EEUU (105 micrones), o de aproximadamente criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) a aproximadamente criba de malla 120 de EEUU (125 micrones). las partículas del producto de tierra de diatomáceas puede tener un intervalo de tamaño mucho más estrecho, para mayor utilidad en cualquier aplicación. Por ejemplo, las partículas del producto de tierra de diatomáceas pueden tener un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) a aproximadamente criba de malla 100 de EEUU (149 micrones).

El producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 95% en peso. El producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso. El producto de tierra de diatomáceas es calcinado en flujo, y puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso.

El producto de tierra de diatomáceas tiene un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.2 cm^3/g, por ejemplo por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g, por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g, o por lo menos aproximadamente 4 cm^3/g.

El producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 70% en peso, entre dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. El producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 80% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. El producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 90% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 80% en peso, dentro de tamaños de criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) y malla 100 de EEUU (149 micrones), o el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 90% en peso, dentro de tamaños de criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) y malla 80 de EEUU (177 micrones).

El producto de tierra de diatomáceas puede tener una solubilidad de hierro que varía de aproximadamente 0.5 partes por millón a aproximadamente 15 partes por millón. El producto de tierra de diatomáceas puede tener una densidad en húmedo inferior a aproximadamente 16 lb/pie^3 (256 kg/m^3).

El producto de tierra de diatomáceas puede tener una estructura de sílice diatomácea intrincada y porosa.

El producto de tierra de diatomáceas incluye una tierra de diatomáceas que tiene una densidad de peso suelto inferior a aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3), y un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.2 cm^3/g, por ejemplo por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g, por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g, o por lo menos aproximadamente 4 cm^3/g. De acuerdo con otro aspecto, la densidad de peso suelto puede variar de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 10 lb/pie^3 (160kg/m^3), o de aproximadamente 11 lb/pie^3 (176 kg/m^3) a menos de aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3).

El producto de tierra de diatomáceas tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio que varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%. Por ejemplo, la relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio puede variar de aproximadamente 150% a aproximadamente 300%, de aproximadamente 150% a aproximadamente 250%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 325%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 300%, o de aproximadamente 175% a aproximadamente 275%.

El producto de tierra de diatomáceas puede tener un área superficial BET que varía de aproximadamente 0.5 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un área superficial BET que varía de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 2 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g, o de aproximadamente 3 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g.

Las partículas del producto de tierra de diatomáceas puede tener un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 270 de EEUU (53 micrones). Por ejemplo, las partículas de producto de tierra de diatomáceas pueden tener un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 200 de EEUU (74 micrones), de

aproximadamente criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) a aproximadamente criba de malla 140 de EEUU (105 micrones), o de aproximadamente criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) a aproximadamente criba de malla 120 de EEUU (125 micrones).

El producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 95% en peso. El producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso. El producto de tierra de diatomáceas es calcinado en flujo, y puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso.

Se divulga pero no se reivindica un método para fabricar un producto de tierra de diatomáceas con baja densidad de peso suelto, que puede incluir el suministro de un material de alimentación que comprende tierra de diatomáceas, que tiene un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.2 cm^3/g, por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g, por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g, o por lo menos aproximadamente 4 cm^3/g. El método puede incluir además la adición de flujo de álcali al material de alimentación, para lograr una combinación que tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y/o aluminio, que varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%. El método puede incluir también la calcinación de la combinación a una temperatura que varía de aproximadamente 1,600°F (871 °C) a aproximadamente 2,200°F (1204 °C), en el que después de la calcinación, el producto de tierra de diatomáceas tiene una densidad de peso suelto inferior a aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3). Por ejemplo, la temperatura puede variar de aproximadamente 1,600°F (871 °C) a aproximadamente 2,150°F (1177°C), o de aproximadamente 1,600°F (871 °C) a aproximadamente 2,050°F (1121 °C).

La calcinación puede ocurrir por una duración que varía de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 60 minutos. Por ejemplo, la calcinación puede ocurrir por una duración que varía de aproximadamente 35 minutos a aproximadamente 45 minutos.

El flujo de álcali puede ser seleccionado de entre el grupo que consiste en sodio.

La densidad de peso suelto puede variar de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 10 lb/pie^3 (160 kg/m^3). La densidad de peso suelto puede variar de aproximadamente 11 lb/pie^3 (176 kg/m^3) a menos de aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3).

El método da como resultado la relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio que varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%. Por ejemplo, la relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio puede variar de aproximadamente 150% a aproximadamente 300%, de aproximadamente 150% a aproximadamente 250%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 325%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 300%, o de aproximadamente 175% a aproximadamente 275%.

El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un área superficial BET que varía de aproximadamente 0.5 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un área superficial BET que varía de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 2 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g, o de aproximadamente 3 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g.

El método puede dar como resultado las partículas del producto de tierra de diatomáceas que tienen un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 270 de EEUU (53 micrones). Por ejemplo, el método puede dar como resultado partículas de producto de tierra de diatomáceas que tienen un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 200 de EEUU (74 micrones), de aproximadamente criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) a aproximadamente criba de malla 140 de EEUU (105 micrones), o de aproximadamente criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) a aproximadamente criba de malla 120 de EEUU (125 micrones).

El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 95% en peso. El producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso. La tierra de diatomáceas es calcinada en flujo, y puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso.

El método da como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.2 cm^3/g. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g, por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g, o por lo menos aproximadamente 4 cm^3/g.

El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 70% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. El método puede

dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 80% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 90% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. Por ejemplo, el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 80% en peso, dentro de tamaños de criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) y malla 100 de EEUU (149 micrones), o el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 90% en peso, dentro de tamaños de criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) y malla 80 de EEUU (177 micrones).

El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene una solubilidad de hierro que varía de aproximadamente 0.5 partes por millón a aproximadamente 15 partes por millón. El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene una densidad en húmedo inferior a aproximadamente 17 lb/pie^3 (272 kg/m^3). El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene una densidad en húmedo inferior a aproximadamente 16 lb/pie^3 (256 kg/m^3). El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene una densidad en húmedo inferior a aproximadamente 15 lb/pie^3 (240 kg/m^3).

El material de alimentación puede incluir tierra de diatomáceas que tiene un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g, o por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g. El material de alimentación puede incluir tierra de diatomáceas que tiene un contenido total de sílice de más de aproximadamente 95% (p/p) de SiO_2 sobre una base sometida a ignición (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 95% a aproximadamente 99.9% (p/p) SiO_2). El material de alimentación puede tener una densidad en húmedo centrifugada inferior a aproximadamente 0.28 g/cm^3 (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 0.15 g/cm^3 a aproximadamente 0.28 g/cm^3). El material de alimentación puede retener la estructura intrincada y porosa única de diatomita, y puede tener una permeabilidad que es típicamente inferior a 0.1 Darcy (9.87 x 10^{-14} m^2) (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 0.001 Darcy (9.87 x 10^{-16} m^2) a aproximadamente 0.1 Darcy (9.87 x 10^{-14} m^2)). El material de alimentación puede tener un contenido total de hierro inferior a 0.3% (p/p) de Fe_2O_3 sobre una base sometida a ignición (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 0.005 % a aproximadamente 0.3% (p/p) de Fe_2O_3), y un contenido total de aluminio inferior a 0.5% (p/p) de Al_2O_3 sobre una base sometida a ignición (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 0.01 % a aproximadamente 0.5% (p/p) de Al_2O_3). Respecto a la solubilidad, de acuerdo con algunos aspectos, el material de alimentación puede tener una resistencia específica mayor a 50 kΩ-cm (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 50 kΩ-cm a aproximadamente 250 kΩ-cm), un contenido de hierro soluble en cerveza inferior a 7 mg Fe/kg de alimentación (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente el límite de cuantificación a aproximadamente 7 mg Fe/kg de alimentación), y un contenido de aluminio soluble en cerveza inferior a 10 mg Al/kg de alimentación (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente el límite de cuantificación a aproximadamente 10 mg Al/kg de alimentación).

El método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene una intrincada y porosa estructura de sílice diatomácea.

Debe entenderse que tanto la descripción general precedente como la descripción detallada que sigue son solamente ejemplares y explicativas, y no son restrictivas de la invención, como está reivindicada.

Descripción de las realizaciones ejemplares

Ahora se hará referencia en detalle a realizaciones ejemplares.

El producto de tierra de diatomáceas incluye tierra de diatomáceas que tiene una densidad de peso suelto inferior a aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3), y una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y/o aluminio que varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%. Por ejemplo, la densidad de peso suelto puede variar de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 10 lb/pie^3 (160 kg/m^3), o de aproximadamente 11 lb/pie^3 (176 kg/m^3) a menos de aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3). La relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%, por ejemplo de aproximadamente 150% a aproximadamente 300%, de aproximadamente 150% a aproximadamente 250%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 325%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 300%, o de aproximadamente 175% a aproximadamente 275%.1

Un método para la medición de densidad de peso suelto incluye la medición del peso de una muestra de polvo y el volumen ocupado por la muestra de polvo, y división del primero por el último. Por ejemplo, puede llevarse a cero una balanza (por ejemplo, una balanza digital Mettler o equivalente), respecto a un contenedor vacío calibrado que tiene un volumen conocido (por ejemplo, 625 centímetros cúbicos (cc o cm^3)). La muestra de polvo es tamizada a través de una malla para romper cualquier grumo y pelusa del polvo. Después de ello el polvo es levantado con una cuchara, y el polvo es sacudido dentro del contenedor calibrado con un movimiento de tamización rotativo, hasta que el contenedor rebosa con el polvo tamizado. El exceso de polvo es retirado con una espátula de borde recto.

Después de ello, se pesa el contenedor lleno con el polvo, por ejemplo, hasta la décima más cercana de 1 g. La densidad de peso suelto es determinada usando la siguiente fórmula:

Densidad de peso suelto (lb/pie^3) = peso neto (lb)/volumen (pie^3)

De acuerdo con algunas realizaciones, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un área superficial BET que varía de aproximadamente 0.5 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 2 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g, o de aproximadamente 3 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g.

Una técnica para el cálculo del área superficial específica (o área superficial BET) de adsorción física de moléculas es con la teoría de Brunauer, Emmett, y Teller ("BET"). La aplicación de la teoría de BET a un componente adsorbente particular da como resultado una medición del área superficial específica del material, conocida como "área superficial BET". Como se usa en esta memoria, "el área superficial" se refiere al área superficial BET.

De acuerdo con algunas realizaciones, las partículas del producto de tierra de diatomáceas pueden tener un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 200 de EEUU (74 micrones). Por ejemplo, las partículas del producto de tierra de diatomáceas pueden tener un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) a aproximadamente criba de malla 140 de EEUU (105 micrones), o de aproximadamente criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) a aproximadamente criba de malla 120 de EEUU (125 micrones).

De acuerdo con algunas realizaciones, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 95% en peso. De acuerdo con algunas realizaciones, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso. El producto de tierra de diatomáceas es calcinado en flujo, y puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso.

Dependiendo de cómo se prepare el producto, los productos de tierra de diatomáceas pueden ser descritos convenientemente como "no calcinados", "calcinados" o "calcinados en flujo". Estas amplias clases reflejan el método de preparación empleado, que puede determinar la permeabilidad del producto, por ejemplo, moderando el grado en el cual ocurren la aglomeración y sinterización, que pueden ser de importancia general para la aplicación útil de los productos de tierra de diatomáceas.

Como se usa en esta memoria, el término "no calcinado", respecto a un producto, se refiere a un producto que no ha sido sometido a calcinación o calcinación en flujo. Como se usa en esta memoria, el término "calcinado" respecto a un producto, se refiere a un producto que ha sido sometido a calcinación. Como se usa en esta memoria, el término "calcinado en flujo", respecto a un producto, se refiere a un producto que ha sido sometido a calcinación en flujo (es decir, calcinación en la presencia de un flujo).

Mientras la sílice de tierra de diatomáceas es predominantemente de un tipo amorfo que se parece al ópalo mineral, algunas veces está presente polvo de cuarzo cristalino o arena, que aunque compuestos de sílice, no imitan la estructura porosa e intrincada asociada con tierra de diatomáceas o productos de diatomita. Por calcinación o calcinación en flujo, pueden formarse productos en los cuales las partículas de tierra de diatomáceas están sinterizadas una a otra en masas aglomeradas más grandes, modificando así algunas de las propiedades de los productos de diatomita. Incluso después de la calcinación intensa, algunos productos de diatomita retienen mucho de su estructura intrincada y porosa, aunque de tal procesamiento puede resultar conversión de sílice hidratada amorfa a sílice anhidra amorfa, cristobalita criptocristalina, y/o cuarzo criptocristalino.

Las mediciones exactas de contenido total de sílice pueden ser determinadas usando espectroscopía de fluorescencia de rayos x. Esta técnica de ejemplo puede ser útil también para determinar el contenido total de otros elementos, tales como, por ejemplo, aluminio, hierro y sodio.

Por ejemplo, en un método de fluorescencia de rayos X de "matriz de tetraborato fundido" usado para determinar el contenido total del elemento de realizaciones de los productos de tierra de diatomáceas, se funde una muestra de 2 gramos de diatomita (después de tostadura 950°C en aire por una hora), con 7.7 gramos de tetraborato de litio (es decir, $Li_2B_4O_7$), y el producto fundido es moldeado hasta un botón de 40 milímetros. El botón es analizado en un espectrómetro Philips PW1600 de fluorescencia simultánea de rayos X. Este sistema puede ser calibrado usando materiales de referencia, la mayoría de los cuales están tabulados. El tiempo de conteo en los elementos principales, tales como, por ejemplo, silicio, aluminio, hierro o sodio, es 60 segundos, y cada elemento es determinado a través de su propio canal fijo. Los datos de pérdida por ignición son obtenidos de la tostadura. Para adaptar la pérdida natural de hidratación dentro de la estructura de sílice, los contenidos totales de silicio, aluminio, hierro y sodio para todos los ejemplos, son reportados sobre una base sometida a ignición, para sus respectivos

óxidos superiores (es decir, SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3 y Na_2O). Como se usa en esta memoria, el término "sobre una base sometida a ignición" refleja el tratamiento previo de la muestra mediante tostadura a 950°C en aire por una hora, antes del análisis.

En un método alternativo de fluorescencia de rayos X de "matriz comprimida de aglutinante", para la determinación del contenido total del elemento, se añade una muestra de 3 gramos de diatomita (después de tostadura a 950°C en aire por una hora), a 0.75 gramos de aglutinante SPECTROBLEND® (Chemplex). Se muele la mezcla mediante agitación por 5 minutos en un vial de mezcla de carburo de tungsteno con una bola de impacto. La mezcla resultante es luego comprimida en un dado de 31 milímetros a 24,000 libras por pulgada cuadrada (165 MPa) para formar una pella. Después de ello puede determinarse la composición química usando un espectrómetro Spectrace 6000 de fluorescencia de rayos X con dispersión de energía, que opera bajo parámetros fundamentales, con calibración usando seis estándares de diatomita preparados en la misma manera que las muestras que están en prueba. El instrumento emplea un detector Li(Si) enfriado electrónicamente y fuente de rayos X objetivo de rodio de 50 kV, y está configurado para dar como resultado la excitación de la muestra con tiempo muerto de aproximadamente 50%. Se analizan las intensidades de pico del espectro mediante comparación de análisis de forma de línea con espectros de referencia del elemento individual. Específicamente, las intensidades de pico de K_{alpha} usadas para las determinaciones de silicio, aluminio e hierro, corresponden a energías de 1.740 keV, 1.487 keV, y 6.403 keV, respectivamente. Las intensidades de pico para los estándares de diatomita son a continuación convertidas en tasas de conteo del elemento puro, que son usadas para determinar los contenidos del elemento en muestras, mediante intensidad del pico y ajuste de los datos. Este método alcanza resultados que son comparables con el método mencionado anteriormente para todos los elementos excepto sodio, para el cual el error relativo es significativamente mayor que para el método de matriz de tetraborato fundido.

El producto de tierra de diatomáceas tiene un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.2 cm^3/g. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g, por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g, o por lo menos aproximadamente 4 cm^3/g.

Bajo algunas circunstancias, puede ser deseable para un producto de diatomita tener un elevado contenido total de sílice y una baja densidad en húmedo centrifugada. Esta combinación de propiedades puede suministrar una medida de la utilidad del producto, comparada con productos de diatomita de menor pureza. Se espera que la diatomita impura tenga mayor densidad en húmedo centrifugada, debido a la ocupación de su estructura porosa, intrincada, por parte de las sustancias impuras. Una medida para cuantificar esta combinación de propiedades, el volumen específico ocupado por la sílice, puede ser definida como:

Volumen específico de sílice (SSV) = Fracción de contenido de sílice/Densidad en húmedo centrifugada

en la que la fracción de contenido de sílice es calculada dividiendo por 100 el porcentaje en peso de SiO_2 sobre una base sometida a ignición, y la densidad en húmedo centrifugada es expresada en unidades de gramos por centímetro cúbico (g/cm^3). Por ejemplo, para una muestra con un contenido medido total de sílice de 99.1% (p/p) SiO_2 y una densidad en húmedo centrifugada de 0.27 g/cm^3, se obtiene un volumen específico de sílice (SSV) de 0.991/0.27, igual a aproximadamente 3.7 cm^3/g. Como es fácilmente evidente a partir de la ecuación, cuanto mayor sea el volumen específico de sílice, mayor es la pureza de diatomita del producto.

La influencia del contenido de sílice total y de la densidad en húmedo puede ser considerada en esta expresión, volumen específico de sílice (SSV). Incluso pequeños cambios en el contenido de sílice total o la densidad en húmedo centrifugada, dan como resultado cambios significativos en el volumen específico de sílice, y por ello el volumen específico de sílice puede suministrar una medida altamente discriminante de la pureza del producto de diatomita.

De acuerdo con algunas realizaciones, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 70% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. De acuerdo con algunas realizaciones, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 80% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. De acuerdo con algunas realizaciones, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 90% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 80% en peso, dentro de tamaños de criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) y malla 100 de EEUU (149 micrones). De acuerdo con algunas realizaciones, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de por lo menos 90% en peso, dentro de tamaños de criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) y malla 80 de EEUU (177 micrones).

Un método ejemplar para la determinación del porcentaje mínimo en peso que pasa o es retenido sobre una abertura específica de criba en un equipo de prueba Alpine, es: A. seleccione las dos cribas apropiadas para el material que va a ser probado; B. en una balanza pese una muestra de 10 gramos; C. coloque la muestra sobre la

criba con abertura más pequeña, colóquela sobre el equipo de prueba Alpine, y cúbrala con la pestaña Lucite; D. ajuste el vacío a 1/2" por encima del nivel neutro (el nivel de agua cuando el vacío está desactivado) sobre la escala graduada del manómetro de agua (tuvo en forma de "U"); E. Ajuste el reloj en 2 minutos; F. retire la criba después de 2 minutos, con cepillo retire la muestra de la malla (aberturas más pequeñas) dentro del recipiente, pese, y registre esto como peso "A" para el paso 1 que sigue; y G. transfiera la muestra a la segunda criba (aberturas más grandes), cúbrala con la pestaña Lucite, y siga los mismos procedimientos D, E, y F anteriores, pero registre esto como el peso "D" para el paso 2 que sigue. Siguiendo el desempeño de los procedimientos A-G, se realizan los siguientes cálculos:

El porcentaje retenido sobre cada criba o fracción de malla, es calculado así:

Paso 1: De la criba más pequeña:

(10.0 - A) x 10 = B

en la que: A = peso del residuo

B = % de material con tamaño inferior

Paso 2: De la criba más grande:

D x 10 = C

en la que: D = peso del residuo

C = % de material con tamaño superior

Paso 3: (100-B C)=E

en la que: B = % de material con tamaño inferior

C = % de material con tamaño superior

E = % de fracción de malla.

El producto de tierra de diatomáceas puede tener una solubilidad de hierro que varía de aproximadamente 0.5 partes por millón a aproximadamente 15 partes por millón.

Un método ejemplar para la determinación de solubilidad de hierro, es: Pese 5.0 g de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 ml tarado. Añada 25 ml de HCl 3.0N. Agite manualmente por 5 segundos cada 5 minutos por 15 minutos. Añada 50 ml de agua desionizada y agite por 2 minutos. Filtre esto a través de un filtro Whatman #42, usando un embudo Buchner y matraz para vacío. Coloque otros 50 ml de agua desionizada sobre la torta del filtro y filtre hasta sequedad. Coloque algo de esto en un recipiente para muestra. Coloque las muestras y páselas para análisis en el Espectrofotómetro de Emisión Optica con Plasma Acoplado mediante Inducción (ICP). Este instrumento compara la intensidad de la frecuencia específica de luz emitida desde el hierro (Fe) en la muestra, con la de materiales estándar de referencia de concentración conocida de hierro (Fe), para la determinación del contenido en el extracto. Esta concentración es usada para calcular el contenido de hierro (Fe) soluble, en miligramos por kilogramo de la muestra seca original.

De acuerdo con algunas realizaciones, los productos de tierra de diatomáceas pueden tener un brillo reflejado de luz azul de por lo menos aproximadamente 80%.

En muchos casos, especialmente en aplicaciones de material de relleno, los productos de diatomita tienen mayor utilidad si tienen un elevado brillo reflejado. Un ejemplo de un método para la determinación de brillo reflejado involucra la medición de la cantidad de luz azul reflejada desde una superficie lisa del producto, como se determina usando un instrumento especial que suministra una fuente de iluminación, un filtro azul y un detector (Photovolt Brightness Meter, modelo 575). El instrumento es calibrado usando placas estándar de reflectancia conocida en luz azul, después de que la lámpara ha sido sometida a ignición y se ha estabilizado su salida de emisión. Si la muestra que va a ser probada es un producto no calcinado, la muestra debería ser secada hasta peso constante a 110°C en aire, y a continuación permitírsele enfriar a temperatura ambiente en aire (es decir, seca). Si la muestra que va a ser probada es un producto calcinado o calcinado en flujo, debería secarse la muestra hasta peso constante a

temperatura ambiente en aire. Se sobrellena ligeramente con la muestra una placa plástica que tiene una depresión torneada en ella, muestra que luego es comprimida con una placa de superficie suave, usando un movimiento circular de presión. Se retira cuidadosamente la placa de superficie suave, con movimiento deslizante para asegurar una superficie homogénea intacta. se coloca luego la muestra en el puerto de muestra el instrumento, con el filtro azul en su sitio. se lee luego la medición de reflectancia, directamente desde el instrumento. la reflectancia de luz azul puede ser calculada también a partir de mediciones de brillo obtenidas usando otros instrumentos, por ejemplo, los disponibles de Hunter o CIE (Commission Internationale de l'Eclairage).

Los productos de tierra de diatomáceas calcinados en flujo pueden tener densidades en húmedo centrifugadas inferiores a aproximadamente 19 lb/pie^3 (304 kg/m^3). Por ejemplo, de acuerdo con algunas realizaciones, los productos de tierra de diatomáceas calcinados en flujo tienen una densidad en húmedo que varía de aproximadamente 1 lb/pie^3 (16 kg/m^3) a aproximadamente 19 lb/pie^3 (304 kg/m^3), de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 19 lb/pie^3 (^{3}04 kg/m^3), de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 16 lb/pie^3 (256 kg/m^3), de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 15 lb/pie^3 (240 kg/m^3), o de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3).

Un indicador del grado en el cual un producto de diatomita retiene la estructura porosa e intrincada única de la diatomita, puede ser obtenido midiendo su densidad en húmedo centrifugada o densidad en húmedo decantada, o una medición equivalente de su densidad empacada, dado que la magnitud de la densidad está limitada por el arreglo de empaque que puede lograrse. La magnitud de densidad en húmedo puede ser crítica porque puede reflejar el volumen vacío disponible para atrapar material en partículas en un proceso de filtración, y puede ser uno de los criterios más importantes para determinar la eficiencia de filtración. Los productos de diatomita con menores densidades en húmedo tienen mayores volúmenes vacíos, y así, generalmente mayor eficiencia de filtración.

Las mediciones convenientes de densidades empacadas de polvos de diatomita son generalmente más reproducibles en medio líquido que en gases. Un método preferido para la determinación de densidad empacada de algunas realizaciones de los productos diatomáceos, es mediante medición de la densidad en húmedo centrifugada. Si la muestra que va a ser probada es un producto no calcinado, debería secarse la muestra hasta peso constante a 110°C en aire, y a continuación permitírsele enfriar hasta temperatura ambiente en aire (es decir, seca). Si la muestra que va a ser probada es un producto calcinado o calcinado en flujo, debería secarse la muestra hasta peso constante a temperatura ambiente en aire. En un tubo calibrado de centrifuga se coloca una muestra de peso conocido entre 0.50 gramos y 2.00 gramos, se añade al tubo agua desionizada para llenar hasta aproximadamente la mitad del volumen del tubo. Se agita meticulosamente la mezcla hasta que toda la muestra se haya humectado, y no hay polvo seco remanente. Se añade agua desionizada adicional hasta, por ejemplo, justo debajo del nivel de 15 ml del tubo de centrifuga, para bajar cualquier mezcla que esté adherida al lado del tubo, proveniente de la agitación. Después de ello, se somete el tubo a centrifugación (por ejemplo, mediante un Beckman AccuSpin) por tres minutos o más a 2,500 rpm o más. A continuación de la centrifugación, se retira cuidadosamente el tubo de modo que no se perturben los sólidos, y se mide el nivel (es decir, volumen) de la materia decantada, con aproximación a la mitad de una graduación de 0.1 ml en el tubo. La densidad en húmedo centrifugada del peso conocido de polvo es calculada fácilmente dividiendo el peso de muestra por el volumen medido, por ejemplo, usando la siguiente fórmula:

$$\text{Densidad en húmedo (g/cm}^3\text{)} = ((100 - A) \times \text{peso})/(B \times 100) = \text{densidad en húmedo (lb/pie3)}/62.4$$

en la que A es igual al porcentaje de humedad; peso es el peso en gramos; y B es igual a la lectura de volumen.

Típicamente, la densidad en húmedo centrifugada es reportada en unidades de libras por pie cúbico (lb/pie^3) o en unidades de gramos por centímetro cúbico (g/cm^3); el factor de conversión para estas unidades es 1 lb/pie^3 es igual a aproximadamente 0.01602 g/cm^3.

El producto de tierra de diatomáceas incluye una tierra de diatomáceas que tiene una densidad de peso suelto inferior a aproximadamente 14 lb/pie^3, (224 kg/m^3) y un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.2 cm^3/g. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g, por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g, o por lo menos aproximadamente 4 cm^3/g. La densidad de peso suelto puede variar de aproximadamente 6 lb/pie3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 10 lb/pie^3, (160 kg/m^3) o de aproximadamente 11 lb/pie^3 (176 kg/m^3) a menos de aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3).

De acuerdo con algunas realizaciones, el material de alimentación puede incluir tierra de diatomáceas que tiene un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g o, por ejemplo, por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g. De acuerdo con algunas realizaciones, el material de alimentación puede incluir tierra de diatomáceas que tiene un contenido total de sílice mayor que aproximadamente 95% (p/p) de SiO_2 sobre una base sometida a ignición (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 95% a aproximadamente 99.9% (p/p) de SiO_2). De acuerdo con algunas realizaciones, el material de alimentación puede tener una densidad en húmedo centrifugada inferior a aproximadamente 0.28 g/cm^3 (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 0.15 g/cm^3 a

aproximadamente 0.28 g/cm^3). De acuerdo con algunas realizaciones, el material de alimentación puede retener la estructura intrincada y porosa única de diatomita, y puede tener una permeabilidad que es típicamente inferior a 0.1 Darcy (9.87 x 10^{-14} m^2) (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 0.001 Darcy (9.87 x 10^{-16} m^2) a aproximadamente 0.1 Darcy (9.87 x 10^{-14} m^2)). De acuerdo con algunas realizaciones, el material de alimentación puede tener un contenido total de hierro inferior a 0.3% (p/p) de Fe_2O_3 sobre una base sometida a ignición (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 0.005 % a aproximadamente 0.3% (p/p) de Fe_2O_3), y un contenido total de aluminio inferior a 0.5% (p/p) de Al_2O_3 sobre una base sometida a ignición (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 0.01% a aproximadamente 0.5% (p/p) de Al_2O_3). Respecto a la solubilidad, de acuerdo con algunas realizaciones, el material de alimentación puede tener una resistencia específica mayor que 50 kQ-cm (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 50 kQ-cm a aproximadamente 250 kQ-cm), un contenido de hierro soluble en cerveza menor a 7 mg Fe/kg de alimentación (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente el límite de cuantificación hasta aproximadamente 7 mg Fe/kg de alimentación), y un contenido de aluminio soluble en cerveza menor que 10 mg Al/kg de alimentación (por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente el límite de cuantificación a aproximadamente 10 mg Al/kg de alimentación).

El método incluye además la adición de flujo de álcali al material de alimentación, para lograr una combinación que tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y/o aluminio que varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%. El método puede incluir también la calcinación de la combinación a una temperatura que varía de aproximadamente 1,600°F (871 °C) a aproximadamente 2,200°F (1204 °C), en el que luego de la calcinación, el producto de tierra de diatomáceas tiene una densidad de peso suelto inferior a aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3). Por ejemplo, la temperatura puede variar de aproximadamente 1,600°F (871 °C) a aproximadamente 2,150°F (1177 °C), o de aproximadamente 1,600°F (871 °C) a aproximadamente 2,050°F (1121 °C).

De acuerdo con algunas realizaciones, la calcinación puede ocurrir por una duración que varía de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 60 minutos. Por ejemplo, la calcinación puede ocurrir por una duración que varía de aproximadamente 35 minutos a aproximadamente 45 minutos.

De acuerdo con algunas realizaciones, el flujo de álcali puede ser seleccionado del grupo que consiste en sodio. Por ejemplo, el flujo de álcali puede incluir ceniza de soda (carbonato de sodio).

De acuerdo con algunas realizaciones de los métodos, la densidad resultante de peso suelto puede variar de aproximadamente 6 lb/pie^3 (96 kg/m^3) a aproximadamente 10 lb/pie3 (160 kg/m^3). De acuerdo con algunas realizaciones, la densidad resultante de peso suelto puede variar de aproximadamente 11 lb/pie^3 (176 kg/m^3) a menos de aproximadamente 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3).

El método da como resultado la relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio que varía de aproximadamente 125% a aproximadamente 350%. Por ejemplo, la relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio puede variar de aproximadamente 150% a aproximadamente 300%, de aproximadamente 150% a aproximadamente 250%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 325%, de aproximadamente 175% a aproximadamente 300%, o de aproximadamente 175% a aproximadamente 275%.

De acuerdo con algunas realizaciones de los métodos, el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un área superficial BET que varía de aproximadamente 0.5 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un área superficial BET que varía de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 20 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 2 m^2/g a aproximadamente 10 m^2/g, de aproximadamente 1 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g, o de aproximadamente 3 m^2/g a aproximadamente 5 m^2/g.

De acuerdo con algunas realizaciones de los métodos, el método puede dar como resultado las partículas del producto de tierra de diatomáceas que tienen un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 270 de EEUU (53 micrones). Por ejemplo, las partículas del producto de tierra de diatomáceas puede tener un tamaño que varía de aproximadamente criba de malla 20 de EEUU (841 micrones) a aproximadamente criba de malla 200 de EEUU (74 micrones), de aproximadamente criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) a aproximadamente criba de malla 140 de EEUU (105 micrones), o de aproximadamente criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) a aproximadamente criba de malla 120 de EEUU (125 micrones).

De acuerdo con algunas realizaciones de los métodos, el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 95% en peso. De acuerdo con algunas realizaciones de los métodos, el producto resultante de tierra de diatomáceas puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso. La tierra de diatomáceas resultante es calcinada en flujo, y puede tener un contenido de sílice de por lo menos aproximadamente 90% en peso.

El método da como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.2 cm^3/g. Por ejemplo, el producto de tierra de diatomáceas puede tener un volumen específico de sílice de por lo menos aproximadamente 3.5 cm^3/g, por lo menos aproximadamente 3.7 cm^3/g, o por lo menos aproximadamente 4 cm^3/g.

De acuerdo con algunas realizaciones de los métodos, el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 70% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. De acuerdo con algunas realizaciones, el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 80% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. De acuerdo con algunas realizaciones, el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 90% en peso, dentro de dos tamaños de criba de malla de EEUU especificados estrechamente. Por ejemplo, el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 80% en peso, dentro de tamaños de criba de malla 80 de EEUU (177 micrones) y malla 100 de EEUU (149 micrones), o el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene un contenido de por lo menos 90% en peso, dentro de tamaños de criba de malla 60 de EEUU (250 micrones) y malla 80 de EEUU (177 micrones).

De acuerdo con algunas realizaciones de los métodos, el método puede dar como resultado el producto de tierra de diatomáceas que tiene una solubilidad de hierro que varía de aproximadamente 0.5 partes por millón a aproximadamente 15 partes por millón.

Un material ejemplar de alimentación para la fabricación de los productos de tierra de diatomáceas de acuerdo con algunas realizaciones incluyó un mineral crudo de tierra de diatomáceas, que fue triturado y molido con martillos para pasar a través de una criba de malla 12 (es decir, con aberturas de aproximadamente 1.82 mm), transformado en pasta líquida con agua hasta una densidad de pulpa de 20 a 23% de sólidos, y luego molido por abrasión para pasar a través de una malla con aberturas de aproximadamente 174 micrones. La pasta líquida fue diluida con agua hasta 8 a 10% de sólidos, e introducida en un hidrociclón de 1 pulgada (2.5 cm) operado a una presión de 50 a 60 libras por pulgada cuadrada (psi) (345 a414 kPa). La fracción de sobreflujo contenía partículas con una mediana de tamaño de partícula de 10 a 12 micrones. Se preparó un colector disolviendo volúmenes iguales de tripentilamina (es decir, $N(C_5H_{11})_3$) en ácido acético (es decir, CH_3COOH) antes de la adición. En un paso de acondicionamiento previo, se ajustó el pH del sobreflujo de diatomita, para estar dentro de un intervalo deseado de pH 3 a 5 usando ácido sulfúrico (es decir, H_2SO_4), y se añadió suficiente solución de tripentilamina, para entregar 360 a 390 gramos de tripentilamina por 1000 kg de sólidos. La flotación mecánica fue realizada luego en dos etapas, una etapa de semielaboración y una etapa de depuración. Se recirculó el producto de flotación de diatomita de la segunda etapa de remoción, en combinación con el sobreflujo del hidrociclón fue derivada hasta la primera flotación de etapa de preparación, se entregó con una cantidad suficiente de solución de tripentilamina, directamente a las celdas de flotación, para añadir un suplemento de 240 a 260 gramos de tripentilamina por 1000 kg de sólidos. Se ajustó la totalidad del proceso de flotación, para suministrar un rendimiento de 60 a 65% del producto de flotación. el producto de flotación fue entonces espesado hasta una densidad de pulpa de 10% de sólidos usando 600 gramos de SuperFloc 127 Plus (Cytec, una poliacrilamida (es decir, $[CH\text{-}CH(CONH_2)]n$) floculenta) por 1,000 kg de sólidos, luego se hizo gotear por dos horas ácido sulfúrico (es decir, H_2SO_4) 2 N mantenido una temperatura de 90 a 95°C. Se retiró el agua de la pasta líquida con un filtro a presión, se enjuagó la torta con agua desionizada para obtener una resistencia mínima de 250 kΩ-cm específica para el enjuague con agua, y luego se secó hasta peso constante a 110°C en aire en un horno.

Mediante análisis elemental, se encontró que este material ejemplar de alimentación no calcinado tenía un contenido total de sílice de 99.1 % (p/p) SiO2, sobre una base sometida a ignición, según se determinó mediante fluorescencia de rayos X usando el método de matriz de tetraborato fundido. Además, el material de alimentación tenía un contenido total de aluminio de 0.31 % (p/p) reportado como Al_2O_3, y el contenido total de hierro era de 0.15% (p/p) reportado como Fe_2O_3, según se determinó mediante fluorescencia de rayos X usando el método de matriz de tetraborato fundido. Su densidad en húmedo centrifugada fue de 0.27 g/cm^3. A partir de esta información, el volumen SSV específico de sílice para este material de alimentación fue de 3.7 cm^3/g.

De acuerdo con algunas realizaciones, los productos de tierra de diatomáceas purificados pueden tener contenido extraordinariamente elevado de sílice. Adicionalmente a un elevado contenido de sílice, estos productos ejemplares pueden retener también la estructura porosa e intrincada que es característica de la tierra de diatomáceas (es decir, estos productos tienen una estructura porosa e intrincada de sílice diatomácea), que en muchas aplicaciones puede ser deseable para que el producto de tierra de diatomáceas sea efectivo. Esta combinación única de propiedades puede dar como resultado, por ejemplo, una deseable baja densidad en húmedo centrifugada, lo cual puede dar como resultado además un elevado volumen específico de sílice.

De acuerdo con algunas realizaciones, los productos de tierra de diatomáceas pueden tener una baja densidad junto con baja solubilidad de impurezas, lo cual puede permitir un incremento en la capacidad, flujo, claridad y/u

ocupación por unidad de peso en aplicaciones con limitación espacial, mientras se reduce de manera significativa la contribución de aluminio, hierro y/u otros elementos indeseables del producto de tierra de diatomáceas al material con el que entra en contacto.

De acuerdo con algunas realizaciones, los productos de tierra de diatomáceas purificados y sus modificaciones adicionales pueden ser útiles en el procesamiento, tratamiento y/o formulación de otros materiales. Por ejemplo, en aplicaciones de filtración, los productos de tierra de diatomáceas y sus modificaciones adicionales pueden ser aplicados a un septum para mejorar la claridad e incrementar la tasa de flujo en procesos de filtración, y/o añadidos directamente a un fluido a medida que este es filtrado, para reducir la carga de material en partículas indeseable en el septum. Los productos pueden ser usados junto con otros medios durante la filtración, por ejemplo, celulosa, carbón activado, arcilla u otros materiales. Los productos pueden ser usados también en la preparación de materiales compuestos, siendo compuestos íntimamente con otros ingredientes para hacer láminas, paletas y/o cartuchos. La selección apropiada de cuál modificación de los productos de tierra de diatomáceas purificados, puede ser determinada de acuerdo con la aplicación específica. En un proceso de filtración en el que se desea elevada tasa de flujo pero no se requiere claridad excepcional, puede preferirse un producto purificado de tierra de diatomáceas de la clase calcinada en flujo. En razonamiento similar aplica al uso de los productos de tierra de diatomáceas purificados, cuando son usados junto con otros materiales, y/o cuando se preparan materiales compuestos que contienen el producto. La cantidad de producto usado puede ser determinada de manera similar de acuerdo con el proceso específico en el cual se vaya a ser aplicado.

El uso de los productos de tierra de diatomáceas purificados de acuerdo con algunas realizaciones, como materiales funcionales de relleno, por ejemplo, en pinturas y recubrimientos, o en polímeros, puede ser logrado mediante adición directa dentro de la formulación a una concentración particular, para lograr el efecto deseado. Tanto la propiedad de aplanamiento de los productos en pinturas y recubrimientos, así como la propiedad de antibloqueo de los productos en polímeros, pueden derivarse de la superficie irregular suministrada por la estructura porosa, intrincada de por lo menos algunas realizaciones de los productos de tierra de diatomáceas.

De acuerdo con algunas realizaciones, los productos de tierra de diatomáceas silanizados hidrófobos o hidrofílicos pueden ser deseables cuando estas propiedades mejoran adicionalmente el desempeño de filtración o de relleno funcional, debido a su mayor compatibilidad con otros materiales o ingredientes en una aplicación específica. La alteración de las características superficiales a través de la silanización puede ser especialmente deseable para aplicaciones cromatográficas, dado que éstas características pueden influir fuertemente en la efectividad de las separaciones cromatográfica para sistemas específicos. Por ejemplo, las superficies hidrófobas sobre un soporte cromatográfico reducen la actividad superficial del soporte y reducen la producción de cola hasta un grado considerable, cuando son usadas para la determinación analítica de muchos compuestos orgánicos, tales como pesticidas.

De acuerdo con algunas realizaciones, los productos de tierra de diatomáceas pueden ser deseables también para producción adicional de derivados orgánicos, tales como, por ejemplo, el acoplamiento de una proteína sobre un soporte aminosilanizado. Por ejemplo, la proteína A, un polipéptido derivado de una fuente bacteriana, ha sido acoplada a un soporte aminosilanizado de diatomita, para uso en tratamiento clínico de desórdenes inmunológicos.

Para aquellos expertos en la técnica, serán evidentes otras realizaciones de la invención, a partir de la consideración de la especificación y práctica de la invención divulgada en esta memoria. Se entiende que la descripción y ejemplos son considerados como ejemplares únicamente, indicándose mediante las siguientes reivindicaciones un verdadero alcance y espíritu de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un producto de tierra de diatomáceas, en el que el producto comprende tierra de diatomáceas que tiene una densidad de peso suelto inferior a 14 lb/pie^3 (224 kg/m^3), y un volumen específico de sílice de por lo menos 3.2 cm^3/g,

en el que el producto de tierra de diatomáceas tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio, que varía de 125% a 350%, en el que:

la densidad de peso suelto = peso neto/ volumen, y en el que la densidad de peso suelto es medida como se describe en la descripción;

el volumen específico de sílice = contenido de fracción de sílice/densidad en húmedo centrifugada, y en el que volumen específico de sílice es medido como se describe en la descripción;

en el que además la relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio es medida como se describe en la descripción; y en el que el producto de tierra de diatomáceas ha sido preparado mediante flujo de álcali calcinando un material de alimentación, usando sodio y en el que dicho material de alimentación tiene un volumen específico de sílice de por lo menos 3.2 cm^3/g.

2. El producto de la reivindicación 1, en el que el producto de tierra de diatomáceas tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio, que varía de 150% a 300%.

3. El producto de la reivindicación 1, en el que el producto de tierra de diatomáceas tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio, que varía de 150% a 250%.

4. El producto de la reivindicación 1, en el que el producto de tierra de diatomáceas tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio, que varía de 175% a 325%.

5. El producto de la reivindicación 1, en el que el producto de tierra de diatomáceas tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio, que varía de 175% a 300%.

6. El producto de la reivindicación 1, en el que el producto de tierra de diatomáceas tiene una relación estequiométrica de metal alcalino a hierro y aluminio, que varía de 175% a 275%.