

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 382 211**

51 Int. Cl.:

D21C 9/08 (2006.01)

D21H 17/67 (2006.01)

D21H 21/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07005853 .2**

96 Fecha de presentación: **21.03.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1975310**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **01.10.2008**

54 Título: **Proceso para el control del pitch**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
06.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
06.06.2012

73 Titular/es:
**OMYA DEVELOPMENT AG
BASLERSTRASSE 42
4665 OFTRINGEN, CH**

72 Inventor/es:
**Gantenbein, Daniel;
Schölkopf, Joachim y
Gane, Patrick A.C.**

74 Agente/Representante:
Mir Plaja, Mireia

ES 2 382 211 T3

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

Proceso para el control del *pitch*

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para el control del *pitch* (brea), al uso de un carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción para el control del *pitch*, así como a una combinación de un carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción, con talco, y un compuesto de carbonato cálcico con superficie sometida a reacción y *pitch*, que comprende opcionalmente talco.
- 10 En la industria del papel, se producen muy frecuentemente “problemas de *pitch*”, dados a conocer principalmente como una deposición de material adherente orgánico que surge de una suspensión de agua ya sea sobre el equipo de fabricación de papel o como manchas en la propia bobina de papel.
- 15 La fuente de fibra principal en la fabricación del papel es la madera, que se reduce a sus fibras constitutivas durante el pulpado mediante combinaciones de trituración, y tratamiento térmico y químico. Durante este proceso, la resina natural contenida dentro de la madera se libera hacia el agua del proceso en forma de gotitas microscópicas. A estas gotitas se les hace referencia como *pitch*. Surgen problemas cuando el *pitch* coloidal se desestabiliza a partir de la forma de emulsión original y se deposita sobre las superficies en el circuito del extremo húmedo de una fábrica de papel, donde las partículas pueden formar aglomerados, los cuales acaban por desprenderse y aparecen como manchas visibles en el papel, oscilando desde un color amarillo a un color negro.
- 20 La composición química del *pitch* está generalmente dividida en cuatro clases de componentes lipófilos: i) grasas y ácidos grasos, ii) ésteres de esteroles y esteroides, iii) terpenoides, y iv) ceras. La composición química depende de la fuente de fibra, tal como la variedad de árbol, y del crecimiento estacional a partir del cual se produce la muestra. Estos compuestos lipófilos del *pitch* pueden estabilizarse mediante la presencia de lignosulfonatos y polisacáridos.
- 25 La formación de *pitch* puede describirse conceptualmente de manera que se desarrolla por medio de tres mecanismos principales. La primera vía mecanicista 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 *pitch*, tal como sugiere su mecanismo de formación, se denomina pelicular. El segundo tipo de *pitch* es aquel que es capaz de coagularse y formar glóbulos de entre 0,1 y 1,0 μm de diámetro, y por ello se denomina *pitch* globular. El tercer tipo de formación de *pitch* comúnmente desarrollado es una forma aglomerada o de bola de *pitch* y a menudo se observa en sistemas que presentan los mayores problemas con la deposición de *pitch*. Las bolas formadas tienen un diámetro de entre 1 y 120 μm . En el estado pelicular o globular, el *pitch* no causa generalmente problemas, aunque una vez que se han formado los aglomerados, entonces comienzan a producirse problemas de calidad del papel.
- 30 La naturaleza de la madera en relación con el *pitch* puede depender altamente de la temporada, la frescura de las astillas de madera y del tipo de tratamiento de pulpado. La situación puede ser engañosa, puesto que la pegajosidad más alta en general se asocia a una condición intermedia entre una naturaleza de tipo líquida y una naturaleza de tipo sólida. Estas características se ven afectadas por la temperatura, la presencia de otros materiales tales como aceites y resinas y por el pH. Los iones de dureza, calcio y especialmente magnesio, a menudo se asocian a altos niveles de pegajosidad. La polimerización del *pitch* de la madera puede desplazar la temperatura de transición vítrea del material, de modo que el máximo de la pegajosidad también se desplaza a una temperatura superior.
- 35 Hoy en día, cada vez más, el pH para la fabricación de papel es neutro o ligeramente alcalino, de tal modo que la eliminación del *pitch* ya no es un corolario automático del uso de alumbre, y otros materiales adsorbentes tales como el talco están jugando un papel incluso más importante en su control. El aumento del pH a pseudo-neutro es una tendencia creciente en los papeles de pasta mecánica y por ello el estudio de la eliminación del *pitch* bajo estas condiciones tiene también una importancia creciente. Por otra parte, las pulpas mecánicas acarrean mucha más materia disuelta y coloidal que las pulpas químicas y las pulpas recicladas.
- 40 El talco se acepta como un agente de control muy eficaz para los depósitos de *pitch*, y trabajos recientes sugieren que el talco controla la acumulación de depósitos mediante un mecanismo de eliminación de la pegajosidad. Sin embargo, la acción del talco en el control del *pitch* no está establecida de manera exacta. Se supone que el talco reduce la pegajosidad de materiales de tipo *pitch* o sustancias adherentes (*stickies*) de modo que presenten una menor tendencia a formar aglomerados o a depositarse sobre equipos de fabricación del papel o crear manchas en el producto. Asimismo, la función del talco consiste en reducir la pegajosidad de materiales que ya se han depositado, de modo que se ralentiza la acumulación adicional de materiales pegajosos sobre dichas superficies. Por la presente es importante
- 45 adicionar suficiente talco de modo que se reduzca la pegajosidad total de las superficies en el sistema.
- 50 Sin embargo, un problema con el talco es que si no se utiliza suficiente talco, el mismo tiende a incorporarse meramente en depósitos y aglomerados de materiales pegajosos. Adicionalmente, se sabe esencialmente que el talco adsorbe especies no polares.
- 55
- 60

Por lo tanto, existe una continua necesidad de materiales alternativos, los cuales proporcionen un mejor rendimiento que el talco, y los cuales también sean capaces de adsorber especies polares y cargadas.

5 El objetivo anterior se ha solucionado mediante un proceso para el control del *pitch* en un medio acuoso, en donde carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción o una suspensión acuosa que comprende carbonato cálcico con superficie sometida a reacción (SRCC) y que tiene un pH mayor que 6,0 medido a 20°C, se adiciona al medio, en donde el carbonato cálcico con superficie sometida a reacción es un producto de reacción de carbonato cálcico natural con dióxido de carbono y uno o más ácidos.

10 El carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción que se va a utilizar en el proceso de la presente invención se obtiene haciendo reaccionar un carbonato cálcico natural con un ácido y con dióxido de carbono, en donde el dióxido de carbono se forma in situ mediante el tratamiento con ácido y/o se suministra de una fuente externa.

15 Preferentemente, el carbonato cálcico natural se selecciona del grupo que comprende mármol, creta, calcita, dolomita, caliza y mezclas de los mismos.

20 En una realización preferida, el carbonato cálcico natural se tritura con anterioridad al tratamiento con un ácido y dióxido de carbono. La etapa de trituración puede llevarse a cabo con cualquier dispositivo de trituración convencional tal como un molino de trituración conocido por los expertos.

25 El carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción que se va a utilizar en el proceso de la presente invención se prepara como una suspensión acuosa que tiene un pH medido a 20°C, mayor que 6,0, preferentemente mayor que 6,5, más preferentemente mayor que 7,0, aún más preferentemente mayor que 7,5. Tal como se describirá posteriormente, el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción puede ponerse en contacto con el medio acuoso adicionando dicha suspensión acuosa al mismo. También es posible modificar el pH de la suspensión acuosa con anterioridad a su adición al medio acuoso, por ejemplo, por dilución con agua adicional. Alternativamente, la suspensión acuosa puede secarse y el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción que se ha puesto en contacto con el agua está en forma de polvo o en forma de gránulos. En otras palabras, el aumento del pH hasta un valor mayor que 6,0 con posterioridad al tratamiento con un ácido y dióxido de carbono se necesita para proporcionar el carbonato cálcico con superficie sometida a reacción que tiene las propiedades de adsorción beneficiosas descritas en esta invención.

35 En un proceso preferido para la preparación de la suspensión acuosa, el carbonato cálcico natural, ya sea finamente dividido, tal como por trituración, o no, se suspende en agua. Preferentemente, la suspensión tiene un contenido de carbonato cálcico natural dentro del intervalo de 1% en peso a 80% en peso, más preferentemente 3% en peso a 60% en peso, e incluso más preferentemente 5% en peso a 40% en peso, basándose en el peso de la suspensión.

40 En una etapa sucesiva, se adiciona un ácido a la suspensión acuosa que contiene el carbonato cálcico natural. Preferentemente, el ácido tiene un pK_a a 25°C de 2,5 ó menos. Si el pK_a a 25°C es 0 ó menos, el ácido se selecciona preferentemente de entre ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o mezclas de los mismos. Si el pK_a a 25°C es de 0 a 2,5, el ácido se selecciona preferentemente de entre H_2SO_3 , HSO_4^- , H_3PO_4 , ácido oxálico o mezclas de los mismos.

45 El ácido o ácidos pueden adicionarse a la suspensión como una solución concentrada o una solución más diluida. Preferentemente, la relación molar del ácido con respecto al carbonato cálcico natural es de 0,05 a 4, más preferentemente de 0,1 a 2.

Como alternativa, también es posible adicionar el ácido al agua antes de que se suspenda el carbonato cálcico natural.

50 En una etapa sucesiva, el carbonato cálcico natural se trata con dióxido de carbono. Si se utiliza un ácido fuerte tal como ácido sulfúrico o ácido clorhídrico para el tratamiento con ácido del carbonato cálcico natural, se forma automáticamente el dióxido de carbono. Alternativa o adicionalmente, el dióxido de carbono puede ser suministrado desde una fuente externa.

55 El tratamiento con ácido y el tratamiento con dióxido de carbono pueden llevarse a cabo de forma simultánea, lo cual es así cuando se utiliza un ácido fuerte. También es posible llevar a cabo el tratamiento con ácido en primer lugar, por ejemplo, con un ácido moderadamente fuerte que tiene un pK_a en el intervalo de 0 a 2,5, seguido por un tratamiento con dióxido de carbono suministrado desde una fuente externa.

60 Preferentemente, la concentración de dióxido de carbono gaseoso en la suspensión es, en términos de volumen, tal que la relación (volumen de suspensión):(volumen de CO_2 gaseoso) es de 1:0,05 a 1:20, incluso más preferentemente de 1:0,05 a 1:5.

En una realización preferida, la etapa de tratamiento con ácido y/o la etapa de tratamiento con dióxido de carbono se repiten al menos una vez, más preferentemente varias veces.

5 Después del tratamiento con ácido y del tratamiento con dióxido de carbono, el pH de la suspensión acuosa, medido a 20°C, alcanza naturalmente un valor mayor que 6,0, preferentemente mayor que 6,5, más preferentemente mayor que 7,0, incluso más preferentemente mayor que 7,5, preparándose de este modo el carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción, como una suspensión acuosa que tiene un pH mayor que 6,0, preferentemente mayor que 6,5, más preferentemente mayor que 7,0, incluso más preferentemente mayor que 7,5. Si se deja que la suspensión acuosa alcance el equilibrio, el pH es mayor que 7. Se puede ajustar un pH mayor que 6,0 sin la adición de una base cuando se continúa con la agitación de la suspensión acuosa durante un período de tiempo suficiente, preferentemente de 1 hora a 10 horas, más preferentemente de 1 a 5 horas.

15 Alternativamente, antes de alcanzar el equilibrio, lo cual se produce a un pH mayor que 7, el pH de la suspensión acuosa se puede aumentar hasta un valor mayor que 6 adicionando una base con posterioridad al tratamiento con dióxido de carbono. Puede utilizarse cualquier base convencional tal como hidróxido de sodio o hidróxido de potasio.

20 Con las etapas del proceso descritas anteriormente, es decir, tratamiento con ácido, tratamiento con dióxido de carbono y, preferentemente, ajuste del pH, se obtiene un carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción que presenta buenas propiedades de adsorción para varias especies de *pitch*.

Otros detalles sobre la preparación del carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción se dan a conocer en los documentos WO 00/39222 y US 2004/0020410 A1, en donde el mismo se describe como sustancia de carga para la fabricación de papel.

25 En una realización preferida de la preparación del carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción, el carbonato de calcio natural se hace reaccionar con el ácido y/o el dióxido de carbono en presencia de por lo menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en silicato, sílice, hidróxido de aluminio, aluminato alcalinotérreo tal como aluminato de sodio o potasio, óxido de magnesio o mezclas de los mismos. Preferentemente, el por lo menos un silicato se selecciona de entre un silicato de aluminio, un silicato de calcio, o un silicato de metal alcalinotérreo. Estos componentes se pueden adicionar a una suspensión acuosa que comprende el carbonato de calcio natural antes de adicionar el ácido y/o el dióxido de carbono. Alternativamente, el(los) componente(s) de silicato y/o sílice y/o hidróxido de aluminio y/o aluminato alcalinotérreo y/u óxido de magnesio pueden adicionarse a la suspensión acuosa de carbonato de calcio natural aunque la reacción del carbonato de calcio natural con un ácido y dióxido de carbono ya se haya iniciado. Otros detalles sobre la preparación del carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción, en presencia de por lo menos un componente(s) de silicato y/o sílice y/o hidróxido de aluminio y/o aluminato alcalinotérreo se dan a conocer en el documento WO 2004/083316.

40 El carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción puede mantenerse en suspensión, opcionalmente estabilizado de manera adicional mediante un dispersante. Pueden utilizarse dispersantes convencionales conocidos por los expertos. Un dispersante preferido es el ácido poliacrílico.

Alternativamente, la suspensión acuosa descrita anteriormente puede secarse, obteniéndose de este modo el carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción, en forma de gránulos o un polvo.

45 En una realización preferida, el carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción tiene un área superficial específica de entre 5 m²/g y 200 m²/g, más preferentemente entre 20 m²/g y 80 m²/g e incluso más preferentemente entre 30 m²/g y 60 m²/g, por ejemplo 43 m²/g, medida utilizando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la ISO 9277.

50 Además, se prefiere que el carbonato de calcio natural con superficie sometida a reacción tenga un diámetro de grano medio de entre 0,1 y 50 μm, más preferentemente entre 0,5 y 25 μm, incluso más preferentemente entre 0,8 y 20 μm, particularmente entre 1 y 10 μm, por ejemplo, entre 4 y 7 μm, medido de acuerdo con el método de sedimentación. El método de sedimentación es un análisis del comportamiento de sedimentación en un campo gravimétrico. La medición se realiza con un SedigraphTM 5100 de Micromeritics Instrument Corporation. El método y el instrumento son conocidos por los expertos y se utilizan comúnmente para determinar el tamaño del grano de las sustancias de carga y de los pigmentos. La medición se lleva a cabo en una solución acuosa de 0,1% en peso de Na₄P₂O₇. Las muestras se dispersaron utilizando un agitador de alta velocidad y supersónico.

60 En una realización preferida, el carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción tiene un área superficial específica dentro del intervalo de 15 a 200 m²/g y un diámetro de grano medio dentro del intervalo de 0,1 a 50 μm. Más preferentemente, el área superficial específica está dentro del intervalo de 20 a 80 m²/g y el diámetro de grano medio está dentro del intervalo de 0,5 a 25 μm. Incluso más preferentemente, el área superficial específica está dentro del intervalo de 30 a 60 m²/g y el diámetro del grano medio está dentro del intervalo de 0,7 a 7 μm.

- 5 En el proceso de la presente invención, el carbonato de calcio cuya superficie se ha sometido a reacción se adiciona al medio acuoso que contiene *pitch* a través de cualesquiera medios convencionales conocidos por los expertos. El carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción puede adicionarse como una suspensión acuosa, por ejemplo, la suspensión descrita con anterioridad. Alternativamente, se puede adicionar en forma sólida, por ejemplo, en forma de gránulos o un polvo o en forma de una torta. Dentro del contexto de la presente invención, también es posible proporcionar una fase inmóvil, por ejemplo, en forma de una torta o capa, que comprende el carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción, corriendo el medio acuoso a través de dicha fase inmóvil. Esto se describirá con mayor detalle posteriormente.
- 10 En una realización preferida, el pH del medio acuoso que contiene *pitch* se ajusta a un valor mayor que 6,0, más preferentemente mayor que 6,5, e incluso más preferentemente mayor que 7,0 con anterioridad a la adición de carbonato cálcico con superficie sometida a reacción.
- 15 Preferentemente, el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción se suspende en el medio acuoso que contiene *pitch*, por ejemplo mediante medios de agitación. La cantidad de carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción depende del tipo de *pitch* o de la especie de *pitch* que se va a adsorber. Preferentemente, se adiciona una cantidad de entre 0,05 y 25% en peso, más preferentemente entre 0,25 y 10% en peso y con la máxima preferencia entre 0,5 y 2% en peso basándose en el peso sobre fibras secadas en horno (100°C).
- 20 En el proceso de la presente invención, el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción se adiciona a medios acuosos que contienen *pitch*, tales como pulpa mecánica, por ejemplo, madera triturada, TMP (pulpa termo-mecánica), o pulpa químio-termo-mecánica (CTMP), así como pulpa química, por ejemplo pulpa kraft o pulpa de sulfato, o pulpa reciclada utilizada en el proceso de fabricación de papel.
- 25 La pulpa que contiene *pitch* que puede someterse al proceso de la presente invención proviene en particular de la pulpa de madera, la cual es el material más común utilizado para fabricar papel. La pulpa de madera en general proviene de árboles de madera blanda tales como abeto rojo (*spruce*), pino, abeto, alerce y cicuta, aunque también algunas maderas duras tales como eucalipto y abedul.
- 30 El *pitch*, que puede controlarse de acuerdo con la presente invención, puede comprender especies tales como grasas y ácidos grasos, ésteres de esterilo y esteroides, terpenoides y ceras. La composición química depende de la fuente de la fibra, tal como la variedad de árbol, y del crecimiento estacional a partir del cual se produce la muestra.
- 35 Opcionalmente, pueden añadirse aditivos a la muestra de agua que se va a tratar. Estos podrían incluir agentes para el ajuste del pH, etcétera.
- En una realización preferida, se adiciona también un carbonato de calcio natural cuya superficie no se ha sometido a reacción según lo descrito anteriormente.
- 40 Se ha descubierto que una combinación de las propiedades de adsorción iónica/polar del carbonato cálcico con superficie sometida a reacción con las propiedades predominantemente lipófilas del talco no solo proporciona resultados aditivos, sino además efectos sinérgicos con respecto a la adsorción de *pitch*.
- 45 Sin pretender limitarse a una teoría específica, se cree que la adsorción del *pitch* coloidal depende de las funciones relativas de la morfología de la superficie y del tamaño de las partículas con relación a la química de superficie tanto de las propias partículas minerales como de su dependencia de adsorción selectiva con respecto a la química de superficie del *pitch*.
- 50 El SRCC se caracteriza esencialmente por su capacidad de adsorber una amplia gama de especies cargadas tales como ésteres saponificados, etcétera, que presentan un área superficial relativamente elevada con respecto a la porosidad superficial, apoyando la sugerencia de que puede considerarse que una porción del *pitch*, ya sea individualmente o como una superficie mixta, presenta una interacción coulombiana de cargas. La hipótesis de energías de superficie polares y no polares mixtas del *pitch* se confirma por la evidencia de la sinergia de adsorción cuando se utiliza SRCC en combinación con talco.
- 55 Por lo tanto, en una realización especialmente preferida de la presente invención, adicionalmente se añade talco al medio acuoso que contiene *pitch*.
- 60 Los talcos que son útiles en la presente invención son cualesquiera talcos disponibles comercialmente, tales como, por ejemplo, talcos de Sotkamo (Finlandia), Three Springs (Australia), Haicheng (China), de los Alpes (Alemania), Florencia (Italia), Tirol (Austria), Shetland (Escocia), Transvaal (Sudáfrica), los Apalaches, California, Vermont y Texas (EE.UU).
- En función del origen del talco grueso, puede haber varias impurezas contenidas en el mismo tales como clorita, dolomita y magnesita, anfíbol, biotita, olivino, piroxeno, cuarzo y serpentina.

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

5 Las partículas de talco utilizadas en la presente invención pueden tener un d_{50} , medido de acuerdo con el método de sedimentación según lo descrito anteriormente, en el intervalo 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 , particularmente 0,5 a 10 μm , por ejemplo 1, 4 ó 7 μm .

10 El área superficial específica del talco puede estar entre 3 y 100 g/m^2 , preferentemente entre 7 g/m^2 y 80 g/m^2 , más preferentemente entre 9 g/m^2 y 60 g/m^2 , por ejemplo 51 g/m^2 , especialmente entre 10 y 50 g/m^2 , por ejemplo 30 g/m^2 .

15 Preferentemente, el talco se suspende junto con el carbonato cálcico con superficie sometida a reacción en el medio acuoso que contiene *pitch*, por ejemplo, a través de unos medios de agitación. La cantidad de talco depende del tipo de *pitch* o de la especie de *pitch* que se va a adsorber. Preferentemente, se adiciona una cantidad de entre 0,05 y 25% en peso, más preferentemente entre 0,25 y 10% en peso y con la máxima preferencia entre 0,5 y 2% en peso basándose en el peso sobre fibras secadas en horno (100 °C).

20 Los efectos sinérgicos de las mezclas de SRCC/talco se obtienen cuando el valor de adsorción del *pitch* positivo observado para la mezcla es superior a los valores sumados de los minerales puros que actúan de forma independiente.

La aparición de sinergismo depende del área superficial específica de los componentes y la composición del *pitch*. Sin embargo, las relaciones, a la cuales se produce la sinergia, pueden determinarse fácilmente llevando a cabo una serie de pruebas con diferentes relaciones según se describe de forma detallada en los ejemplos.

25 Después de completarse la adsorción, los compuestos de carbonato cálcico con superficie sometida a reacción, *pitch* y, opcionalmente talco pueden separarse del medio acuoso a través de medios de separación convencionales conocidos por los expertos, tales como sedimentación y filtración.

30 En un planteamiento alternativo, el líquido que se va a purificar se hace pasar, preferentemente, a través de un filtro permeable que comprende el carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción, y que es capaz de retener, por medio de exclusión por tamaño, las impurezas en la superficie del filtro a medida que el líquido se hace pasar a través del mismo por gravedad y/o bajo vacío y/o bajo presión. Este proceso se denomina "filtración en superficie".

35 En otra técnica preferida conocida como filtración en profundidad, un medio auxiliar de filtrado compuesto por una serie de conductos tortuosos de diámetro y configuración variables retiene impurezas mediante fuerzas moleculares y/o eléctricas que adsorben las impurezas en el carbonato de calcio natural cuya superficie se ha sometido a reacción el cual está presente dentro de dichos conductos, y/o mediante exclusión por tamaño, reteniendo las partículas de las impurezas en caso de que sean demasiado grandes para pasar a través del espesor completo de la capa del filtro.

40 Las técnicas de filtración en profundidad y filtración en superficie pueden combinarse adicionalmente ubicando la capa de filtración en profundidad sobre el filtro de superficie; esta configuración presenta la ventaja de que aquellas partículas que de otro modo podrían bloquear los poros del filtro de superficie quedan retenidas en la capa de filtración en profundidad.

45 Una opción para introducir una capa de filtración en profundidad sobre el filtro de superficie consiste en suspender un medio auxiliar floculante en el líquido que se va a filtrar, permitiendo que este medio auxiliar posteriormente se decante de tal modo que flocule todas o parte de las impurezas a medida que se deposita sobre un filtro de superficie, formando de esa manera la capa de filtración en profundidad. Esto es conocido como sistema de filtración por aluvión. Opcionalmente, una capa inicial del material de filtración en profundidad se puede aplicar previamente como recubrimiento sobre el filtro de superficie con anterioridad al comienzo de la filtración por aluvión.

50 En vista de los resultados tan buenos del carbonato cálcico con superficie sometida a reacción en el control del *pitch* según lo definido anteriormente, un aspecto adicional de la presente invención es el uso del mismo en el control del *pitch* así como también su uso en combinación con talco, según lo definido anteriormente, proporcionando efectos sinérgicos.

55 Esto último es particularmente importante en el caso de *pitch* muy heterogéneo, donde deben eliminarse muchas especies diferentes. En tales casos, el uso de una combinación correspondientemente seleccionada de carbonato cálcico con superficie sometida a reacción y talco según lo descrito en los ejemplos puede ser superior a la utilización de los diferentes componentes solos.

Por lo tanto, la combinación de carbonato cálcico con superficie sometida a reacción y talco según lo definido anteriormente es también un aspecto adicional de la presente invención.

Finalmente, los compuestos de carbonato cálcico con superficie sometida a reacción según lo definido anteriormente y *pitch* adsorbido en el mismo son un aspecto adicional de la invención, incluyendo opcionalmente también talco según lo definido anteriormente.

5

En los ejemplos, no solamente se muestra la eficacia del carbonato cálcico con superficie sometida a reacción, sino también la sinergia entre el carbonato cálcico con superficie sometida a reacción y el talco. Además, se investigó el pH resultante. Un aumento del pH indica que se saponifican más ésteres dando como resultado más especies aniónicas. Además, se descubrió que la cantidad de cationes permanece en el mismo nivel con una SCD (Equivalencia de Detector de Corriente de Flujo) reducida, lo cual indica que el SRCC adsorbió especies aniónicas. Mientras que para el talco el SCD permanece en el mismo nivel, lo cual indica que el talco adsorbió mayormente especies no cargadas.

10

Las siguientes figuras, ejemplos y pruebas ilustrarán la presente invención, aunque no tienen el propósito de limitar en modo alguno la misma.

15

Descripción de las figuras:

La Figura 1 es una imagen de SEM de talco de área superficial específica baja.

20

La Figura 2 ilustra los valores de turbidez para la fase líquida superior de un filtrado de TMP, de un filtrado de TMP tratado con FT-LSSA o SRCC solo, y o bien con FT-LSSA o bien con SRCC tras el tratamiento con FT-LSSA.

La Figura 3 ilustra los valores de COD para la fase líquida superior de un filtrado de TMP, de un filtrado de TMP tratado con FT-LSSA o SRCC solo, y o bien con FT-LSSA o bien con SRCC tras el tratamiento con FT-LSSA.

25

La Figura 4 ilustra los valores de gravimetría para la fase líquida superior de un filtrado de TMP, de un filtrado de TMP tratado con FT-LSSA o SRCC solo, y o bien con FT-LSSA o bien con SRCC tras el tratamiento con FT-LSSA.

La Figura 5 ilustra el análisis termogravimétrico proporcionado como una pérdida neta de % en peso de la fase mineral sedimentada inferior de un filtrado de TMP tratado con FT-LSSA o SRCC solo, y o bien con FT-LSSA o bien con SRCC tras el tratamiento con FT-LSSA.

30

Ejemplos:

35

A. Materiales

1. Carbonato cálcico con superficie sometida a reacción (SRCC)

Se preparó una suspensión de aproximadamente el 20% en peso basándose en el peso seco de carbonato cálcico natural finamente dividido originario de Omey, Francia. La suspensión formada de ese modo se trató a continuación mediante la adición lenta de ácido fosfórico a una temperatura de aproximadamente 55°C.

40

La suspensión resultante tenía un área superficial específica BET de 43 m²/g de acuerdo con la norma ISO 92777, y un d₅₀ de 1,5 µm medido por medio del Sedigraph™ 5100 de Micromeritics™.

45

El carbonato cálcico con superficie sometida a reacción utilizado en la presente invención se muestra en la imagen de SEM de la figura 1, que ilustra su superficie nano-modificada que consta de una rugosidad de área superficial elevada distribuida sobre la micropartícula.

50

2. Talco

El polvo de talco del presente estudio se analiza tanto por fluorescencia de rayos X (XRF) [ARL 9400 Sequential XRF] como por difracción de rayos X (XRD) [difracción de Bragg, entre 5 y 100° en 2theta, utilizando un sistema de XRD D8 Advanced, de Bruker AXS, con radiación CuKα, rendijas de divergencia automatizadas y un detector con sensibilidad a la posición lineal. La corriente y el voltaje del tubo eran 50 mA y 35 kV, respectivamente: el tamaño del paso era 0,02° 2 theta y el tiempo de recuento 0,5 s por paso].

55

La calidad del talco originario de Finlandia era de un área superficial específica baja (FT-LSSA). Contiene los minerales talco, clorita y magnesita. La pureza del talco es aproximadamente 97%, lo cual se confirmó por análisis de FT-IR [Spectrum One Spectrometer de Perkin Elmer] y XRF.

60

El mismo se molió con un molino de chorro dando como resultado un área superficial específica BET de 9 m²g⁻¹ y un d₅₀ de 2,2 µm.

La morfología mineral se ilustra en la figura 1 (FT-LSSA).

3. Pulpa que contiene *pitch*

5 6,0 kg de la pulpa húmeda fresca (3,7% p/p contenido de sólidos) se tomaron de lo aceptado del tamiz a una temperatura de 90°C antes de la etapa de blanqueado (blanqueado con peróxido) en una fábrica integrada de pulpa y papel en Suiza en Enero de 2006. El agua del proceso en la posición de muestreo se hizo circular solamente en la planta de TMP y tal como se esperaba no contenía ninguna sustancia de carga. La pulpa termomecánica obtenida de ese modo y utilizada como fuente de *pitch* para los siguientes experimentos consta de un 70% en peso de abeto rojo (10 *spruce*), estando el resto compuesto por abeto y una pequeña parte de pino. El pH de la muestra de pulpa estaba entre 6,7 y 6,8 a 25°C. La pulpa se prensó en húmedo a través de un filtro de tamaño de poro de 2 µm (papel de filtro, circular 602 EH).

15 Una muestra tomada de los 5,0 litros de filtrado/licor obtenidos de ese modo se examinó bajo un microscopio óptico (Olympus AX-70) para comprobar las fibrillas, las cuales, si estuvieran presentes, podrían actuar negativamente para distorsionar los resultados de adsorción puros.

20 El potencial zeta del filtrado de TMP se midió con un dispositivo PenKem 500 proporcionando un valor de -15 mV. Esta anionicidad es un factor importante cuando se considera el potencial de adsorción de la carga que capta carbonato cálcico con superficie sometida a reacción. Se determinó la carga total mediante una titulación con detector de corriente de flujo (SCD) (Mütek PCD-02) y se observó que era de -0,45 µEqg⁻¹, y la titulación polielectrolítica del filtrado de la pulpa dio -2,6 µEqg⁻¹, donde 1 Eq (equivalente) es el peso en gramos de esa sustancia, la cual reaccionaría con o sustituiría un gramo de hidrógeno. La cromatografía iónica (Cromatógrafo Iónico Dionex DX 120) de la muestra de TMP informa sobre los siguientes aniones presentes en el filtrado de TMP: SO₄²⁻ = 256 ppm, PO₄³⁻ = 33 ppm, Cl⁻ = 20 ppm y NO₃²⁻ = 2 ppm.

B. Métodos

30 5 litros del filtrado recuperados de la pulpa termomecánica (TMP) (3,7% p/p) filtrada en un filtro de 2 µm se distribuyeron en botellas de vidrio; a los mismos se les adicionaron 200 g de filtrado en cada botella y 1% p/p de talco o SRCC (suspensión libre de dispersante de 10% p/p). A continuación, las botellas se cerraron y se agitaron durante 2 horas. Después de 2 horas de agitación, la suspensión se centrifugó durante 15 minutos en una centrifuga (Jouan C 312, de IG Instruments) a una velocidad de 3.500 rpm.

35 Se recogen dos fases: una fase líquida superior y una fase sedimentada inferior que contiene minerales. Se utilizó una muestra de referencia sin mineral como comparación. El líquido superior y la fase sólida inferior obtenidos después de la centrifugación se separaron y analizaron mediante dos mediciones, de acuerdo con lo siguiente:

Fase líquida superior – gravimetría, turbidez y demanda química de oxígeno COD

40 Para un análisis gravimétrico, se colocó una muestra de 100 cm³ de la fase acuosa líquida superior en un vaso de precipitados de aluminio previamente pesado y la misma se secó en un horno (90°C, 24 h) para obtener una cantidad total de residuo no volátil en la fase acuosa, es decir, cualquier material orgánico e inorgánico que no fue adsorbido sobre la superficie mineral.

45 Se tomó una muestra adicional de 45 cm³ para analizar la turbidez causada por partículas de *pitch* coloidal, minerales no separados, por medio de un NOVASINA 155 Modelo NTM-S (152). Este instrumento transmite luz en el espectro infrarrojo cercano a través de una sonda de fibra óptica donde el haz emergente es dispersado por pequeñas partículas en suspensión. La luz dispersada de vuelta a 180° se capta por medio de fibras ópticas paralelas en la sonda y se enfoca sobre un fotodiodo. La señal resultante se amplifica y se presenta directamente en Unidades de Turbidez Nefelométricas (NTU), definidas como la intensidad de luz a una longitud de onda especificada dispersada, atenuada o absorbida por partículas suspendidas, con un ángulo, especificado por el método, con respecto al trayecto de la luz incidente, en comparación con un patrón químicamente preparado, sintético. La interferencia de la luz ambiente se elimina mediante la adopción de una señal de transmisión modulada, eliminando la necesidad de sistemas de manipulación de muestras herméticos a la luz.

60 También se tomó una muestra de 2 cm³ para realizar un análisis de demanda química de oxígeno (COD), el cual proporciona un valor para el contenido orgánico total, es decir, el material orgánico no adsorbido. El análisis de COD expresa la cantidad de oxígeno necesaria para la oxidación de materiales orgánicos en CO₂ y se midió utilizando un Lange CSB LCK 014, intervalo 1.000 a 10.000 mg dm⁻³ con una cubeta para LASA 1/plus.

Fase mineral sedimentada inferior – análisis termogravimétrico

Se realizó un análisis termogravimétrico con un analizador térmico diferencial de barrido (SDTA 851^e) de Mettler Toledo, bajo una velocidad de calentamiento constante de 20°C min⁻¹ desde 30°C hasta 1.000°C. La pérdida bajo calentamiento refleja los componentes no minerales, presentes en el sedimento. Los resultados se compararon con el mineral puro con el fin de determinar las especies adsorbidas.

C. Resultados

Se descubrió que los dos minerales diferentes presentan un comportamiento de adsorción diferente cuando se elimina material del filtrado de TMP, tanto con respecto a especies coloidales como con respecto a otras especies.

Sin embargo, también se observó que existen interacciones sinérgicas claras entre un talco de área superficial baja (FT-LSSA) y el SRCC.

Para investigar estos efectos más cercanamente, se estudió la actividad independiente de los minerales en una serie de experimentos. En primer lugar, se trató el filtrado de la TMP, según lo mencionado anteriormente, o bien con el talco de baja área superficial (FT-LSSA) o bien con SRCC. A continuación, se realizó una segunda etapa utilizando la TMP en primer lugar tratada con FT-LSSA y centrifugada, de acuerdo con el método previamente descrito, de tal modo que la fase líquida superior se trató una segunda vez o bien con SRCC o bien nuevamente con el FT-LSSA.

a) pH

Como primera etapa, se determinaron el pH, la equivalencia de detector de corriente de flujo (SCD), y el equilibrio de sodio/ calcio. Estas mediciones se realizaron para el filtrado de TMP no tratado como referencia, un tratamiento primario con SRCC o FT-LSSA y un tratamiento secundario con el mineral complementario.

Los valores resultantes se muestran en la tabla 3.

Tabla 3:

1 ^{er} Tratamiento	2 ^o Tratamiento	SCD [μEqg^{-1}]	pH	Ca ²⁺ [ppm]	Na ⁺ [ppm]
TMP sola	-	- 0,45	6,81	63	205
SRCC	-	> - 0,1	7,87	61	208
FT-LSSA	-	- 0,42	7,15	59	207
FT-LSSA	+ SRCC	< - 0,1	8,04	61	210
FT-LSSA	+ FT-LSSA	- 0,37	7,47	63	204

El pH se volvió alcalino cuando el filtrado de TMP se trató con SRCC y cambió de aproximadamente 6,8 a aproximadamente 7,9 después del primer tratamiento primario. Cuando el filtrado de TMP se trató con el talco de baja área superficial, el pH cambió solamente un poco desde aproximadamente 6,8 a aproximadamente 7,2.

Para el tratamiento secundario con SRCC, el pH en la fase líquida se volvió nuevamente alcalino y se determinó que era de aproximadamente 8,0. Para el tratamiento de FT-LSSA secundario complementario, el pH nuevamente se volvió un poco más alcalino, aproximadamente 7,5.

Estas tendencias no solo se deben a la alcalinidad del SRCC, sino que también muestran que se adsorbieron compuestos ácidos potenciales tales como ácidos grasos. Un aumento del pH indica que se saponifican más ésteres dando como resultado más especies aniónicas.

b) Equivalencia del Detector de Corriente de Flujo (SCD)

La titulación por SCD mide la especie cargada total en suspensión. Se observó que la misma era - 0,45 μEqg^{-1} para el filtrado de TMP.

El tratamiento con talco mostró solamente un leve efecto sobre este valor. Se observó un efecto fuerte para el tratamiento con SRCC, para el cual la cantidad de especies aniónicas se redujo hasta menos de -0,1 μEqg^{-1} , lo cual muestra el efecto superior del uso de SRCC solo, y el efecto mejorado del uso de una combinación.

c) Equilibrio de Sodio/Calcio

Finalmente, el equilibrio iónico no presentó ningún cambio esencial para el calcio y el sodio, ni casualmente para otros iones, tales como magnesio, potasio, fosfato, sulfato, clorito y nitrato. Como la cantidad de cationes permanece en el

mismo nivel con un SCD reducido, resulta evidente que el SRCC adsorbió especies aniónicas. Mientras tanto, para el talco, el SCD permanece en el mismo nivel y por lo tanto el talco adsorbió mayormente especies no cargadas.

d) Influencia de los minerales sobre la turbidez, la COD, la gravimetría y la termogravimetría

5

Los análisis de la figura 2, la figura 3 y la figura 4 son proporcionan en valores absolutos, como los cambios de referencia correspondientes entre el tratamiento primario y secundario, es decir después del primer tratamiento.

10

Por lo tanto, la referencia para el primer tratamiento es el filtrado de TMP (barra negra), y la referencia para el segundo tratamiento es el filtrado de TMP tratado una vez con talco de baja área superficial (barra blanca con rayas oblicuas negras). La diferencia entre los resultados de los tratamientos y la referencia correspondiente se expresa como porcentajes.

15

Los valores de turbidez se muestran en la figura 2. El primer tratamiento del filtrado de TMP con FT-LSSA (segundo desde la izquierda) confirma los valores ya medidos anteriormente. Además, el licor de pulpa tratado con SRCC (centro) confirma el punto de que el SRCC es altamente eficaz para eliminar partículas coloidales.

20

Con un segundo tratamiento de FT-LSSA (segundo desde la derecha) sigue siendo posible eliminar algunas de las especies coloidales aunque la eficacia se reduce claramente en comparación con el primer tratamiento. Finalmente, cuando la fase líquida superior del filtrado de TMP tratado con FT-LSSA se trata nuevamente con SRCC (derecha), la eficacia del SRCC no varía.

25

El filtrado de TMP, que actúa como una muestra de referencia no tratada, mostró un valor de turbidez de 360 NTU. Cuando el filtrado de TMP se trató con el FT-LSSA, la turbidez disminuyó para el tratamiento de esta primera etapa a 107 NTU. Esta es una reducción del 70%.

30

Con el tratamiento secundario adicional de este licor de pulpa previamente tratado, con FT-LSSA, la turbidez se redujo nuevamente algo desde 107 NTU a 60 NTU. Esta es una reducción del 44%.

Por otro lado, el tratamiento único con SRCC presentó, tal como anteriormente, una elevada afinidad para partículas coloidales. La turbidez casi se eliminó, proporcionando una reducción de entre el 98 y el 99%.

35

Cuando el licor de pulpa previamente tratado con FT-LSSA se trató con el SRCC secundario complementario, la turbidez de nuevo prácticamente fue eliminada. Esto representa nuevamente una reducción del 95%, e indica el efecto sinérgico de la combinación.

El análisis de COD (figura 3) muestra la afinidad para compuestos mayormente orgánicos, oxidables, que quedan después del tratamiento.

40

Se observó que el filtrado de TMP consumía $4.250 \text{ mg de O}_2 \text{ dm}^{-3}$. Cuando este licor se trató con FT-LSSA, el valor disminuyó hasta $3.970 \text{ mg de O}_2 \text{ dm}^{-3}$ (segundo desde la izquierda). Esta es una reducción de aproximadamente 7%.

El tratamiento secundario con FT-LSSA no presentó ningún efecto sobre la COD.

45

El SRCC presentó también una fuerte afinidad para compuestos orgánicos. Se determinó que quedaban únicamente $2.230 \text{ mg de O}_2 \text{ dm}^{-3}$ después del tratamiento con SRCC solo. Esto representa una fuerte reducción del 48%.

50

Cuando el licor de pulpa tratado previamente con FT-LSSA se trató posteriormente con SRCC, se eliminó una pequeña cantidad de compuestos orgánicos. El valor disminuyó de 3.970 a $3.390 \text{ mg de O}_2 \text{ dm}^{-3}$, lo cual es una disminución del 15%.

La Figura 4 muestra los resultados para el análisis gravimétrico en mg de residuo por cada 100 cm^3 de la fase líquida superior después de la centrifugación.

55

El filtrado de TMP presentó $348 \text{ mg por cada } 100 \text{ cm}^3$. El tratamiento con FT-LSSA redujo el residuo hasta $310 \text{ mg por cada } 100 \text{ cm}^3$, lo cual es una reducción del 11%.

Se redujo nuevamente el residuo cuando el licor se trató adicionalmente con FT-LSSA hasta $290 \text{ mg por cada } 100 \text{ cm}^3$. Esto es una reducción del 7%.

60

En el filtrado de TMP tratado con SRCC se midió un residuo de 280 mg dm^{-3} , lo cual es una reducción del 20%.

Después del tratamiento previo con FT-LSSA seguido por el tratamiento con SRCC, el análisis gravimétrico presentó un residuo en la fase líquida superior de 271 mg dm^{-3} . Esto se corresponde con una reducción del 12,5%.

- 5 Finalmente, como comprobación para los otros resultados, en la figura 5 se informa sobre el análisis termogravimétrico, en donde el material perdido del mineral correspondiente del tratamiento único se muestra en la barra negra, y el tratamiento secundario con cada mineral, tras el tratamiento previo con talco, como la barra de color gris claro. En este caso, la barra negra izquierda representa el resultado después de un tratamiento único con LSSA. La barra derecha ilustra el resultado después de un tratamiento único con SRCC. La barra gris izquierda se refiere a los resultados después de un primer tratamiento con LSSA y un segundo tratamiento con LSSA, mientras que la barra gris derecha ilustra el resultado de un primer tratamiento con LSSA y un segundo tratamiento con SRCC.
- 10 El residuo de talco de baja área superficial (barra negra izquierda) después de la centrifugación pierde un 2% de material volátil cuando se calienta a 1.000°C.
- 15 Cuando la muestra pre-tratada se volvió a tratar con FT-LSSA (barra gris izquierda), solamente se perdió un 1,1% adicional. El SRCC tenía un 2,3% de material adsorbido en su superficie (barra negra derecha). El filtrado de TMP previamente tratado con FT-LSSA, tratado adicionalmente con SRCC, resultó tener solamente un 1,3% de material adsorbido en el residuo de SRCC (barra gris derecha).
- 20 Por lo tanto, el aclarado eficaz del material en partículas de la muestra se ve favorecido por el SRCC, mientras que, la recolección de material orgánico de *pitch* coloidal fino se ve favorecida por el talco.
- 25 Por consiguiente, se ha mostrado que un carbonato cálcico con superficie sometida a reacción de manera especial adsorbe fácilmente especies de *pitch* en el entorno de la fabricación de papel. El talco típico para el control de *pitch* parece tener un área superficial insuficiente para lidiar con todos los constituyentes probables del licor de pulpa. Además, la preselección del talco para componentes lipófilos significa que las interacciones coulombianas son prácticamente inexistentes. El carbonato cálcico con superficie sometida a reacción o combinaciones del carbonato cálcico con superficie sometida a reacción, activo, polar, junto con talco no polar proporcionan posibilidades para tratamientos de sistemas de agua sinérgicos tales como para el *pitch* de madera de TMP.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Proceso para el control del *pitch* en un medio acuoso, en el que al medio se adiciona carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción o una suspensión acuosa que comprende carbonato cálcico con superficie sometida a reacción y que tiene un pH mayor que 6,0 medido a 20°C, en donde el carbonato cálcico con superficie sometida a reacción es un producto de reacción de carbonato cálcico natural con dióxido de carbono y uno o más ácidos.
- 10 2. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción se prepara como una suspensión acuosa que tiene un pH mayor que 6,5, preferentemente mayor que 7,0, y con la mayor preferencia 7,5, medido a 20°C.
- 15 3. Proceso de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado porque** el carbonato cálcico natural se selecciona del grupo que comprende mármol, calcita, creta y dolomita, piedra caliza y mezclas de los mismos.
- 20 4. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el ácido tiene un pK_a a 25°C de 2,5 ó menos.
- 25 5. Proceso de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado porque** los ácidos se seleccionan del grupo que comprende ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfuroso, hidrosulfato, ácido fosfórico, ácido oxálico y mezclas de los mismos.
- 30 6. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el carbonato cálcico natural se hace reaccionar con el ácido y/o el dióxido de carbono en presencia de por lo menos un silicato y/o sílice, hidróxido de aluminio, aluminato de metal alcalinotérreo, óxido de magnesio, o mezclas de los mismos.
- 35 7. Proceso de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizado porque** el por lo menos un silicato se selecciona del grupo que comprende silicato de aluminio, silicato de calcio y silicato de metal alcalino.
- 40 8. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción tiene un área superficial específica de entre 5 m²/g y 200 m²/g, preferentemente entre 20 m²/g y 80 m²/g y más preferentemente entre 30 m²/g y 60 m²/g, por ejemplo 43 m²/g, medido utilizando nitrógeno y el método BET de acuerdo con la ISO 9277.
- 45 9. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción tiene un diámetro de grano medio d₅₀ de entre 0,1 y 50 μm, preferentemente entre 0,5 y 25 μm, más preferentemente entre 0,8 y 20 μm, particularmente entre 1 y 10, por ejemplo entre 4 y 7 μm medido de acuerdo con el método de sedimentación.
- 50 10. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la suspensión acuosa de carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción se estabiliza con uno o más dispersantes.
- 55 11. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción se utiliza en forma de polvo y/o en forma de gránulos.
- 60 12. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción se adiciona en una cantidad de entre 0,05 y 25% en peso, más preferentemente entre 0,25 y 10% en peso y con la mayor preferencia entre 0,5 y 2% en peso basándose en el peso sobre fibras secadas en horno (100°C).
13. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el pH del medio acuoso que contiene *pitch* se ajusta a un valor de >6, más preferentemente >6,5, más preferentemente >7 con anterioridad a la adición del carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción.
14. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** el medio acuoso que contiene *pitch* se selecciona del grupo que comprende pulpa mecánica, por ejemplo, madera triturada, TMP (pulpa termomecánica), o pulpa quimiatermomecánica (CTMP),

así como pulpa química, por ejemplo, pulpa *kraft* o pulpa de sulfato, o pulpa reciclada utilizada en el proceso de fabricación de papel.

- 5 15. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado porque adicionalmente se añade talco al medio que contiene *pitch*.
- 10 16. Proceso de acuerdo con la reivindicación 15,
caracterizado porque el talco tiene una pureza de >90% en peso, por ejemplo >95% en peso o >97% en peso y hasta >100% en peso.
- 15 17. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 15 ó 16,
caracterizado porque las partículas de talco tienen un valor de d_{50} de 0,1 a 50 μm , por ejemplo de 0,2 a 40 μm , preferentemente de 0,3 a 30 μm , más preferentemente de 0,4 a 20 μm , particularmente de 0,5 a 10 μm , por ejemplo 1, 4 ó 7 μm medido de acuerdo con el método de sedimentación.
- 20 18. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 17,
caracterizado porque el talco tiene un área superficial específica de entre 3 y 100 g/m^2 , preferentemente entre 7 g/m^2 y 80 g/m^2 más preferentemente entre 9 g/m^2 y 60 g/m^2 , por ejemplo 51 g/m^2 , especialmente entre 10 y 50 g/m^2 , por ejemplo 30 g/m^2 .
- 25 19. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 18,
caracterizado porque el talco se adiciona en una cantidad de entre 0,05 y 25% en peso, más preferentemente entre 0,25 y 10% en peso y con la mayor preferencia entre 0,5 y 2% en peso basándose en el peso sobre fibras secadas en horno (100°C).
- 30 20. Proceso de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores,
caracterizado porque el agua que se va a purificar se pone en contacto con el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción mediante filtración en superficie, filtración en profundidad y/o filtración por aluvión.
- 35 21. Uso del carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción según lo definido en una de las reivindicaciones 1 a 14 para el control del *pitch*.
- 40 22. Uso de acuerdo con la reivindicación 21,
caracterizado porque el carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción se utiliza en combinación con talco según lo definido en una de las reivindicaciones 15 a 19.
- 45 23. Uso de una combinación de un carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción según lo definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 y talco según lo definido en una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 19 para el control del *pitch*.
24. Compuesto de carbonato cálcico natural con superficie sometida a reacción según lo definido en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14 y *pitch* eliminado de un medio acuoso.
25. Compuesto de acuerdo con la reivindicación 24 que comprende además talco según lo definido en una cualquiera de las reivindicaciones 15 a 19.

1/5

Figura 1

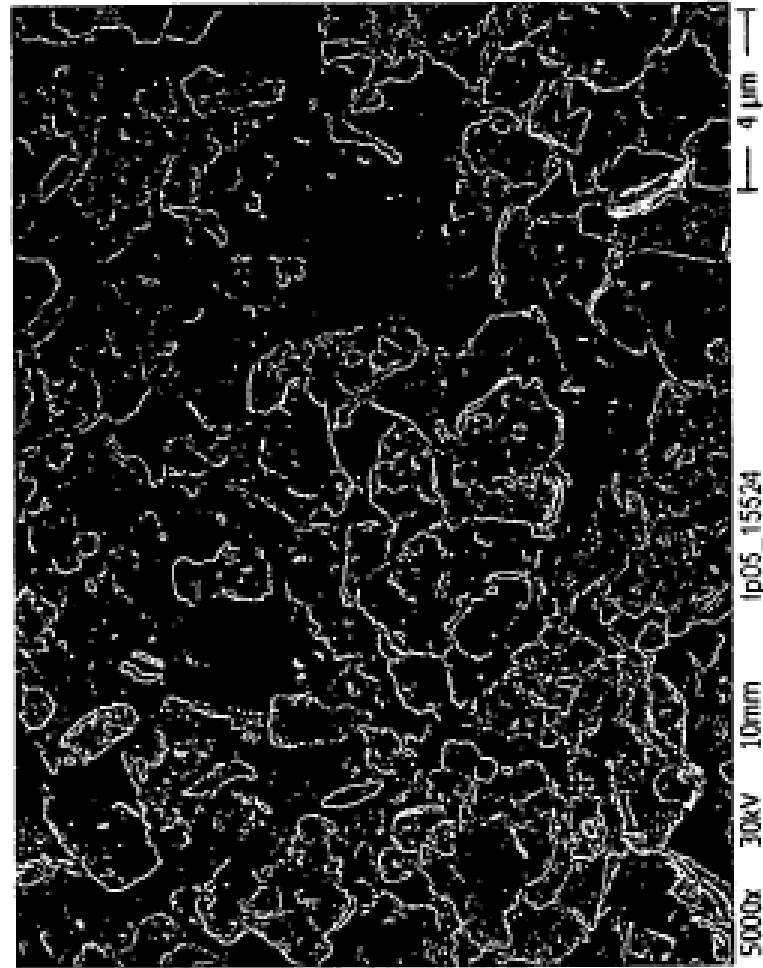
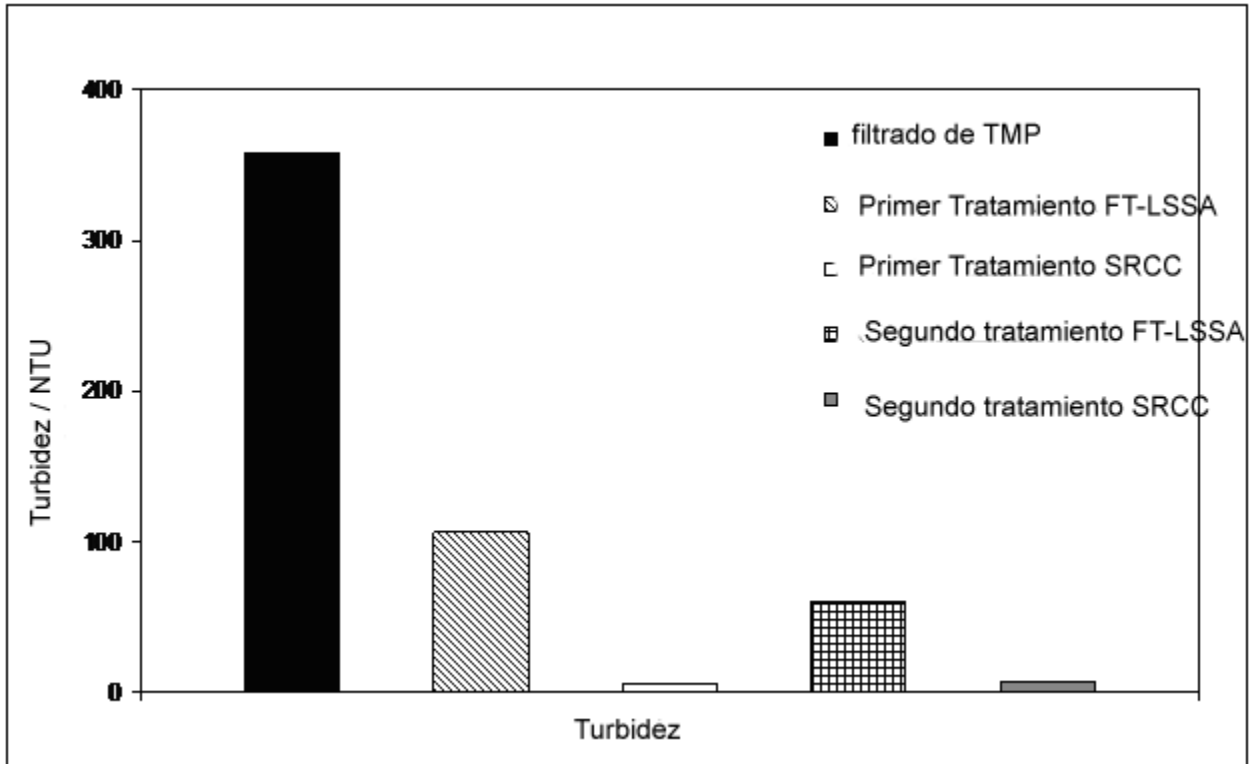


Figura 2

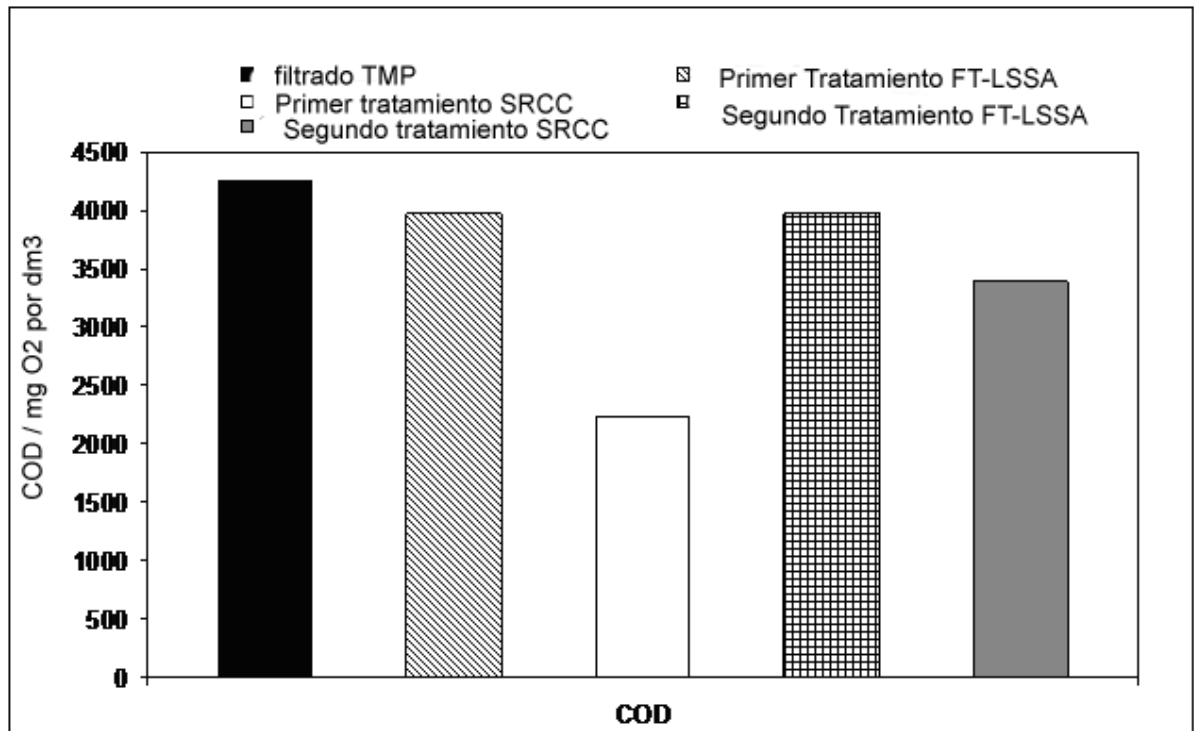
5



3/5

Figura 3

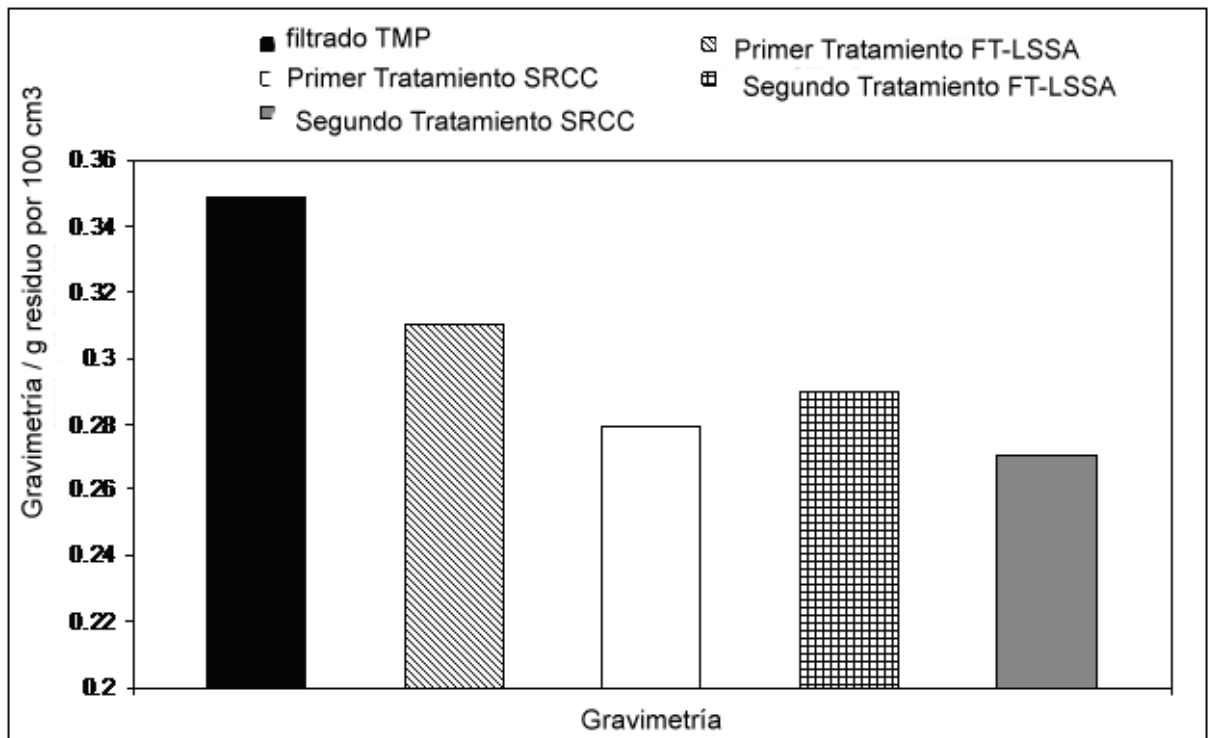
5



4/5

Figura 4

5



5/5

Figura 5

